



ITS

Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

TUGAS AKHIR - TL 141584

**STUDI PENGARUH VARIASI WAKTU
PERIODIK PADA DERAJAT DESULFURISASI
CALCINED PETROLEUM COKE
MENGUNAKAN REAKTOR *ROTARY*
*AUTOCLAVE***

ANGGIAT RAMOS JUNIARTO
NRP. 2713 100 067

Dosen Pembimbing
Sungging Pintowantoro, Ph.D
Fakhreza Abdul, S.T., M.T.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2017



TUGAS AKHIR - TL141584

**STUDI PENGARUH VARIASI WAKTU
PERIODIK PADA DERAJAT DESULFURISASI
CALCINED PETROLEUM COKE
MENGUNAKAN REAKTOR *ROTARY*
*AUTOCLAVE***

Anggiat Ramos Juniarto
NRP 2713 100 067

Dosen Pembimbing :
Sungging Pintowantoro, Ph.D
Fakhreza Abdul, S.T., M.T.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2017

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT - TL141584

STUDY OF VARIATION PERIODIC TIME ON DESULFURIZATION DEGREE OF CALCINED PETROLEUM COKE USING ROTARY AUTOCLAVE REACTOR

Anggiat Ramos Juniarto
NRP 2712 100 067

Advisor :
Sungging Pintowantoro, Ph.D
Fakhreza Abdul, S.T., M.T.

Department of Materials Engineering
Faculty of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya
2017

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**STUDI PENGARUH VARIASI WAKTU PERIODIK
PADA DERAJAT DESULFURISASI *CALCINED*
PETROLEUM COKE MENGGUNAKAN REAKTOR
*ROTARY AUTOCLAVE***

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
pada
Bidang Studi Metalurgi Ekstraksi
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :
ANGGIAT RAMOS JUNIARTO
NRP. 2713 100 067

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

Sungging Pintowantoro, Ph.D..... (Pembimbing I)

Fakhreza Abdul, S.T., M.T..... (Pembimbing II)



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

STUDI PENGARUH VARIASI WAKTU PERIODIK PADA DERAJAT DESULFURISASI *CALCINED PETROLEUM COKE* MENGGUNAKAN REAKTOR *ROTARY AUTOCLAVE*

Nama Mahasiswa : Anggiat Ramos Juniarto
NRP : 2713 100 067
Departemen : Teknik Material
Dosen Pembimbing : Sungging Pintowantoro, Ph.D
Co-Pembimbing : Fakhreza Abdul, S.T., M.T.

ABSTRAK

Kekayaan alam Indonesia yang dapat digunakan sebagai bahan bakar diantaranya adalah minyak bumi dan batu bara. Sisa dari proses pengolahan minyak bumi tersebut dapat diolah kembali untuk menghasilkan suatu produk berupa *petroleum coke*, salah satu jenisnya adalah *calcined petroleum coke*. Salah satu masalah yang dihadapi pada *calcined petroleum coke* adalah keberadaan sulfur di dalamnya. Melalui proses desulfurisasi diharapkan dapat mengurangi keberadaan sulfur pada *calcined petroleum coke* serendah-rendahnya. Proses pengurangan kadar sulfur pada *calcined petroleum coke* dapat dilakukan melalui proses desulfurisasi termal dengan proses pemanasan maupun menggunakan senyawa alkali NaOH. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh variasi waktu periodik terhadap kadar sulfur, karbon, dan ikatan molekul dalam *calcined petroleum coke*. Alat yang digunakan adalah berupa reaktor *rotary autoclave* dengan temperatur pemanasan yang digunakan adalah sebesar 900°C. Bahan baku yang digunakan adalah *petroleum coke* berasal dari Dumai, Riau yang sudah terkalsinasi. Adapun ukuran butir *calcined petroleum coke* yang digunakan sebesar 200 mesh dengan molaritas NaOH yang digunakan adalah 3,5 M. Variasi waktu periodik pemanasan yang digunakan adalah 1 periodik, 2 periodik, dan 3 periodik. Berdasarkan hasil penelitian ini, maka dapat disimpulkan bahwa semakin banyak

waktu periodik pemanasan, maka kemampuan desulfurisasi akan semakin baik / meningkat, dengan persentase sulfur terendah / terbaik didapatkan pada periodik pemanasan 3 kali, yaitu 0,68%S dengan kadar karbon sebesar 89,45%C. Disamping itu, diketahui juga bahwa untuk ketiga variasi waktu periodik pemanasan sudah cukup untuk memutus ikatan kimia sulfur organik pada *calcined petroleum coke*.

Kata kunci : *Calcined petroleum coke*, desulfurisasi, waktu periodik, sulfur.

STUDY OF VARIATION PERIODIC TIME ON DESULFURIZATION DEGREE OF CALCINED PETROLEUM COKE USING ROTARY AUTOCLAVE REACTOR

Name : Anggiat Ramos Juniarto
SRN : 2713 100 067
Department : Materials Engineering
Advisor : Sungging Pintowantoro, Ph.D
Co-Advisor : Fakhreza Abdul, S.T., M.T.

ABSTRACT

World resources of Indonesia that can be used as fuel are crude oil and coke. Oil processing residue can produce petroleum coke. CPC or calcined petroleum coke is one kind of petroleum coke. The problem of petroleum coke nowadays is the presence of sulphur. The purpose of desulphurization calcined petroleum coke is to decrease the sulphur content in calcined petroleum coke. The desulphurization degree in CPC through thermal desulphurization or using NaOH as alkali compound. The purpose of this research is to analyze the effect of various periodic time on sulphur content, carbon content, and compound bond in calcined petroleum coke. The device that used in this research is rotary autoclave reactor. Temperature that used is 900°C. The material is calcined petroleum coke that has calcined from Dumai, Riau. The grain size of CPC is 200 mesh. Molarity of NaOH used are 3,5M. Variation periodic time that used in this research are 1 period, 2 periods, and 3 periods. The conclusion of research process is more periodic time, will increase desulphurization ability, with the lowest sulphur percentage get on 3 periods is 0,68%S with carbon percentage is 89,45%C. Besides, for all variation periodic type is enough to break the chemical bond of organic sulphur in calcined petroleum coke.

Keywords : *Calcined petroleum coke, desulfurization, periodic time, sulphur.*

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Tuhan yang Maha Esa, karena berkat anugerah-Nya, penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini. Tugas Akhir ini ditujukan kepada mahasiswa untuk memenuhi tanggungan mata kuliah wajib yang harus diambil sebagai syarat menyelesaikan program studi sarjana (S1) di Laboratorium Pengolahan Material, Departemen Teknik Material, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS). Laporan Tugas Akhir ini berjudul **“STUDI PENGARUH VARIASI WAKTU PERIODIK PADA DERAJAT DESULFURISASI *CALCINED PETROLEUM COKE* MENGGUNAKAN REAKTOR *ROTARY AUTOCLAVE*”**.

Penelitian ini dapat terselesaikan tentu dengan adanya bantuan dan dukungan dari dosen pembimbing maupun dari teman-teman, sehingga laporan penelitian ini akhirnya bisa terselesaikan dengan baik. Dalam pengerjaannya, penulis menyadari bahwa dalam melakukan penelitian dan penulisan laporan terdapat kesalahan dan masih sangat jauh dari kesempurnaan. Maka dari itu, saran dan kritik yang membangun sangat saya harapkan pada penelitian ini.

Besar harapan saya, bahwa laporan Tugas Akhir ini dapat memberikan informasi yang bermanfaat kepada berbagai pihak dalam rangka pembelajaran maupun penggunaannya di dunia industri.

Surabaya, Juli 2017

Penulis,
Anggiat Ramos Juniarto

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	v
ABSTRAK.....	vii
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvii

BAB I PENDAHULUAN

1.1	Latar Belakang	1
1.2	Rumusan Masalah	4
1.3	Batasan Masalah	4
1.4	Tujuan Penelitian	4
1.5	Manfaat Penelitian	5

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1	<i>Petroleum Coke</i>	7
2.2	Jenis-jenis <i>Petroleum Coke</i>	9
2.3	<i>Coke Making</i>	10
2.4	Pengaruh Kadar Sulfur	11
2.5	Tujuan Proses Desulfurisasi	13
2.6	Desulfurisasi Secara Termal	14
2.7	Karakteristik NaOH	14
2.8	NaOH Pada Proses Desulfurisasi	15
2.9	Penelitian Sebelumnya	16

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1	Diagram Alir Penelitian	19
3.2	Bahan Penelitian	20
3.3	Peralatan Penelitian	21
3.4	Pelaksanaan Penelitian	26
3.5	Rancangan Penelitian	29

BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1	Karakteristik <i>Calcined Petroleum Coke</i>	31
4.2	Pengaruh Waktu Periodik Terhadap Kadar Sulfur Pada <i>Calcined Petroleum Coke</i>	35
4.2.1	Hasil Pengujian EDX	35
4.2.2	Hasil Pengujian FTIR	43

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1	Kesimpulan	47
5.2	Saran	47

DAFTAR PUSTAKA	49
-----------------------------	-----------

LAMPIRAN	51
-----------------------	-----------

UCAPAN TERIMA KASIH.....	57
---------------------------------	-----------

BIODATA PENULIS	59
------------------------------	-----------

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Jenis <i>petroleum coke</i>	10
Gambar 3.1	Diagram alir penelitian	19
Gambar 3.2	<i>Calcined petroleum coke</i>	20
Gambar 3.3	Natrium Hidroksida (NaOH)	20
Gambar 3.4	Dmin <i>Water</i>	21
Gambar 3.5	Reaktor <i>Rotary Autoclave</i>	21
Gambar 3.6	<i>Screener</i>	22
Gambar 3.7	Termokopel	22
Gambar 3.8	Mesin FTIR	23
Gambar 3.9	Mesin EDX	23
Gambar 3.10	Kertas PH.....	24
Gambar 3.11	Gelas Kimia	24
Gambar 3.12	Oven	25
Gambar 3.13	Alat Tumbuk.....	25
Gambar 3.14	Skema variasi pemanasan periodik dengan penambahan larutan NaOH	29
Gambar 4.1	<i>Calcined petroleum coke</i> dari Dumai, Riau ...	31
Gambar 4.2	Hasil pengujian FTIR pada <i>calcined petroleum coke</i> bahan dasar	33
Gambar 4.3	Struktur kimia tiofena	33
Gambar 4.4	Grafik hubungan antara jumlah periodik pemanasan dengan persentase sulfur pada <i>calcined petroleum coke</i>	37
Gambar 4.5	Grafik derajat desulfurisasi	40
Gambar 4.6	Grafik hubungan antara jumlah periodik pemanasan dengan persentase <i>yield</i> pada <i>calcined petroleum coke</i>	42
Gambar 4.7	Hasil pengujian FTIR <i>calcined petroleum coke</i> pada variable 1,2, dan 3 periodik	44

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbandingan proses produksi <i>petroleum coke</i>7
Tabel 2.2	Komposisi <i>greencoke</i> dan <i>calcined coke</i>8
Tabel 2.3	Komposisi <i>petroleum coke</i>9
Tabel 2.4	Karakteristik NaOH 15
Tabel 3.1	Komposisi <i>calcined petroleum coke</i> 20
Tabel 3.2	Rancangan penelitian32
Tabel 4.1	Data persentase karbon dan sulfur pada <i>calcined petroleum coke</i> bahan dasar32
Tabel 4.2	Daerah serapan dan ikatan kimia untuk <i>peak</i> <i>calcined petroleum coke</i> bahan dasar34
Tabel 4.3	Hasil pengujian EDX untuk variasi pemanasan periodik 36
Tabel 4.4	Persentase penurunan kadar sulfur40
Tabel 4.5	Analisis persentase <i>yield</i>42
Tabel 4.6	Analisis daerah serapan dan ikatan kimia untuk masing-masing waktu periodik <i>calcined</i> <i>petroleum coke</i>45

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Negara Indonesia adalah negara yang kaya akan sumber daya alam dan merupakan negara keempat dengan populasi manusia terbanyak yang ada di dunia. Kekayaan Indonesia sendiri melingkupi kekayaan energi, minyak bumi, mineral, tambang dan masih banyak lagi. Dari sektor tambang sendiri, Indonesia memiliki berbagai macam jenis tambang, diantaranya tambang emas, besi, nikel, bauksit, batu bara, dan lain-lain. Tentu kekayaan alam tersebut dapat menjadi keuntungan yang besar ketika kita dapat mengolah kekayaan alam tersebut dengan baik. Saat ini sektor pertambangan tetap menjadi sorotan utama untuk kebutuhan energi karena kebutuhan tiap negeri terhadap kebutuhan bahan bakar selalu meningkat. Bahan bakar sendiri nantinya digunakan sebagai pembangkit listrik maupun kegiatan-kegiatan perindustrian. Sumber daya alam Indonesia yang menjadi bahan bakar energi berupa minyak bumi mentah dan batu bara. Kegiatan penambangan (eksplorasi) minyak bumi, telah dilakukan baik dalam negeri maupun bekerjasama dengan negara lain serta kegiatan ekspor dan impor pun telah dilakukan Indonesia. Ekspor minyak mentah Indonesia dilakukan ke beberapa negara antara lain Jepang, Amerika, Korea, Taiwan dan Singapura. Selain ekspor, Indonesia juga melakukan impor minyak mentah dari beberapa negara lain, diantaranya Arab Saudi, Azerbaijan, Brunei, Angola dan Nigeria. (DJmigas, 2015).

Petroleum coke adalah karbon *solid* hasil proses pemurnian minyak dengan kandungan sulfur yang tinggi, sehingga dengan persentase kandungan sulfur yang tinggi akan memberikan permasalahan dan tantangan dibagian kontrol emisi sulfur, maka dari itu diperlukan teknologi seperti proses *thermal desulfurization* untuk mengatur emisi SO_2 (Wang, 2004).

Petroleum coke dapat digolongkan menjadi dua yaitu *green coke* atau *calcined coke*. *Green coke* biasanya digunakan sebagai



BAB I PENDAHULUAN

bahan bakar padat yang serupa dengan batubara. Pemrosesan *green coke* pada suhu dan tekanan tinggi akan menghasilkan *calcined coke* yang biasanya digunakan pada industri elektroda, peleburan logam, produksi elektroda grafit atau untuk tujuan lain seperti sebagai zat tambahan pada proses karbonisasi baja. (*The American Petroleum Institute*, 2008).

Beberapa proses produksi *coke* dapat dilakukan melalui 3 proses, yaitu *delayed coking*, *coking in a fluidized*, dan *coking in a fluidized bed with gasification* (Salvador, 2003). Produksi ketiga proses *petroleum coke* diatas memiliki proses yang berbeda, pengaruh pemrosesan tersebut akan mempengaruhi secara langsung terhadap komposisi *coke* yang dihasilkan (Speight, 2004).

Petroleum coke biasanya digunakan sebagai bahan bakar di industri, pembangkit listrik, dan industri semen yang merupakan konsumen *petroleum coke* terbesar. Penyusun utama *petroleum coke* adalah karbon. Komposisi kimia dari *petroleum coke* sendiri tergantung dari bahan baku yang didapatkan. Pengotor *petroleum coke* (yang tidak memiliki kandungan karbon) termasuk beberapa diantaranya merupakan hasil residual hidrokarbon yang tersisa selama proses. Untuk komposisi *petroleum coke* yang terkalsinasi tersusun atas 98,40%C, 0,14%H, 0,02%O, 0,22%N, 1,20%S, dan 0,35% Ash (Anthony, 2013).

Adapun hasil penelitian desulfurisasi *petroleum coke* yang dilakukan dengan judul “Studi proses desulfurisasi *petroleum coke* menggunakan senyawa alkali NaOH dengan variasi waktu *holding* pada reaktor mini” menyimpulkan bahwa, semakin lama waktu *holding* pada proses desulfurisasi maka kadar sulfur semakin menurun dengan waktu pembakaran paling efektif dilakukan selama 6 jam. Kadar sulfur terendah (terbaik) yang didapatkan terjadi pada temperatur *holding* selama 6 jam dengan kadar 0,176%S. Dan semakin lama waktu *holding*, maka ikatan sulfur pada *calcined petroleum coke* semakin banyak yang terurai dan berikatan dengan NaOH. (Wira, 2015).



BAB I PENDAHULUAN

Dari hasil penelitian desulfurisasi *petroleum coke* yang pernah dilakukan dengan judul “Studi variasi molaritas NaOH pada proses desulfurisasi kokas *petroleum* yang terkalsinasi menggunakan reaktor *rotary autoclave*” menyimpulkan bahwa, semakin tinggi molaritas NaOH pada perendaman *calcined petroleum coke* di proses desulfurisasi, maka kemampuan desulfurisasi dan kadar karbon pada *calcined petroleum coke* semakin meningkat. Kemampuan desulfurisasi yang terbaik adalah pada konsentrasi NaOH 3,5M dengan hasil akhir berupa persentase kadar sulfur sebanyak 0,2134%S, dengan derajat desulfurisasi tertinggi sebesar 40,14%, dan persentase kadar karbon sebesar 98,225%C. Molaritas NaOH 2,5M, 3M, dan 3,5M pada proses desulfurisasi ini sudah cukup untuk memutus ikatan kimia sulfur organik pada *calcined petroleum coke*. (Ruth, 2016).

Yang terakhir adalah penelitian desulfurisasi *petroleum coke* yang dilakukan dengan judul “Studi variasi temperatur pemanasan pada proses desulfurisasi kokas *petroleum* yang terkalsinasi dengan reaktor *rotary autoclave*” menyimpulkan bahwa semakin tinggi temperatur pemanasan *calcined petroleum coke* pada proses desulfurisasi, maka kemampuan desulfurisasi semakin meningkat dan kadar karbon semakin besar, dengan persentase sulfur dan derajat desulfurisasi tertinggi adalah pada temperatur 900°C dengan kadar sulfur sebesar 0,1479%S dan persentase penurunan kadar sulfur sebesar 58,51%. Kadar karbon paling besar terdapat pada temperatur 900°C yaitu 98,605%C. Dan temperatur pemanasan 700°C, 800°C, dan 900°C sudah cukup untuk memutus ikatan kimia sulfur organik pada *calcined petroleum coke*. (Mardhyanto, 2016)

Dari penjabaran latar belakang diatas dan penelitian-penelitian *calcined petroleum coke* yang ada sebelumnya, maka penulis hendak meneliti lebih jauh mengenai proses desulfurisasi pada *calcined petroleum coke* dengan variabel yang berbeda berupa pengaruh variasi waktu periodik, sehingga diharapkan dapat dihasilkan *calcined petroleum coke* dengan kadar sulfur



yang rendah dengan persentase kadar karbon yang tetap tinggi melalui proses desulfurisasi.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh variasi waktu periodik terhadap kadar sulfur dan karbon dalam *calcined petroleum coke*?
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu periodik terhadap ikatan kimia sulfur organik dalam *calcined petroleum coke*?

1.3 Batasan Masalah

Untuk menganalisis masalah pada penelitian ini terdapat beberapa batasan masalah, antara lain :

1. Reaktor yang digunakan adalah reaktor *rotary autoclave* yang dianggap bekerja pada kondisi *vacum*.
2. Ukuran *calcined petroleum coke* dianggap homogen untuk semua proses.
3. Kadar sulfur dan karbon dalam *calcined petroleum coke* awal dianggap homogen.
4. Pengaruh lingkungan dianggap tidak berpengaruh.
5. Kinerja serta kondisi alat dianggap sama untuk semua proses.
6. Dalam perhitungan secara teori, sistem yang bekerja dalam kondisi *steady state*.
7. Temperatur pemanasan dianggap sama untuk semua proses.
8. Molaritas NaOH dianggap sama untuk semua proses.

1.4 Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang diatas, maka adapun tujuan dalam penelitian ini adalah :

1. Menganalisa pengaruh variasi waktu periodik terhadap kadar sulfur dan karbon dalam *calcined petroleum coke*.
2. Mengetahui pengaruh variasi waktu periodik terhadap ikatan kimia sulfur organik dalam *calcined petroleum coke*.



BAB I PENDAHULUAN

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini diharapkan dapat memberikan gambaran pengaruh waktu periodik pada proses desulfurisasi *calcined petroleum coke*, sehingga dapat diketahui waktu periodik yang optimal untuk menghasilkan kadar sulfur terendah dengan kadar karbon yang tetap tinggi, serta mengetahui pengaruhnya pada ikatan kimia sulfur organik.



BAB I PENDAHULUAN

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *Petroleum Coke*

Petroleum coke merupakan produk sisa hasil penyulingan minyak sehingga tidak heran jika permintaan *petroleum coke* dengan kualitas yang baik (dengan kandungan sulfur yang rendah) akan semakin meningkat. Kandungan sulfur dari *petroleum coke* sangat dipengaruhi dari kandungan sulfur pada *crude oil*. Temperatur pemanasan juga mempengaruhi kandungan sulfur dari *petroleum coke*, sekalipun pada kadar yang rendah. Pemanasan akan menyebabkan terjadinya proses vaporisasi dan penghilangan kandungan sulfur, sehingga didapatkan hasil berupa reduksi sulfur dari *coke*. *Petroleum coke* sendiri adalah produk sampingan yang dihasilkan berupa kokas, dari hasil proses pemurnian. (Hassan, 1992).

Produksi *coke* dapat dibagi menjadi 3 proses yang berbeda, yaitu : *delayed coking*, *coking in a fluidized bed* dan *coking in a fluidized bed with gasification*. Adapun perbandingan antara komposisi hasil dari produksi *coke* dari ketiga jenis proses diatas akan memberikan pengaruh secara langsung terhadap komposisi yang dihasilkan. Tabel 2.1 dibawah akan menampilkan komposisi *coke* yang dihasilkan menggunakan ketiga proses.

Tabel 2.1 Perbandingan proses produksi *petroleum coke* (Speight, 2004)

Composition (% in mass)	Petroleum Coke – Production Process		
	Delayed	Fluidized Bed	Fluidized Bed with Gasification
C	87.9	86.3	94.9
H	3.51	2.2	0.3
H / C	0.47	0.31	0.04
N	1.61	2.4	1.1
S	7.5	6.9	2.8
O	-	0.9	0
Ashes	0.33	1.3	1.0



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Coke akan diperoleh secara langsung dari proses *delayed cooking* yang disebut *green coke* yang memiliki kandungan *volatile* lebih banyak didalam komposisinya. *Green coke* merupakan bahan utama pada proses kalsinasi, yang hasilnya berupa *calcined coke* dengan kandungan *volatile* yang sedikit. Tabel 2.3 dibawah ini menunjukan perbandingan komposisi antara *green coke* dengan *calcined coke*, serta akan menunjukan perbedaan yang besar antara kandungan *volatile* yang terkandung pada *green coke* dengan *calcined coke*. Selain itu pada Tabel 2.2 menunjukan jika *calcined coke* memiliki HGI yang lebih kecil dari *green coke* sehingga dapat diketahui bahwa *green coke* lebih cocok digunakan sebagai bahan bakar dibandingkan *calcined coke*, karena energi pada proses *grinding* lebih rendah.

Tabel 2.2 Komposisi *green coke* dan *calcined coke* (Martinez dan Bartholomew,1998)

Composition	Green Coke	Calcined Coke (anode)
<i>Volatile Matter</i> (%)	9.0 – 10.5	0.08 – 0.15
<i>Moisture</i> (%)	8.0 – 14	0.2 – 0.4
<i>Ashes</i> (%)	0.09 – 0.14	0.10 – 0.18
<i>Sulphur</i> (%)	0.70 – 0.85	0.70 – 0.78
<i>Vanadium</i> (ppm)	180 – 230	200 – 250
<i>Nickel</i> (ppm)	120 – 200	200 – 220
<i>Silicon</i> (ppm)	40 – 80	20 – 60
<i>Iron</i> (ppm)	80 – 120	60 – 100
<i>Sodium</i> (ppm)	70 – 90	50 – 100
<i>Calcium</i> (ppm)	20 – 40	20 – 40
<i>Hardgrove Index</i> (HGI)	70 – 80	20 – 40

Pada aplikasinya *petroleum coke* digunakan sebagai bahan bakar industri dan pembangkit listrik pabrik. Penyusun



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

utama *petroleum coke* adalah karbon. Komposisi *petroleum coke* ditentukan dari *petroleum crude oil* yang digunakan pada proses pemurnian.

Tabel 2.3 Komposisi *petroleum coke* (Martinez dan Bartholomew, 1998)

Composition	Green	Calcined
Carbon	89.58 – 91.80	98.40
Hydrogen	3.71 – 5.04	0.14
Oxygen	1.30 – 2.14	0.02
Nitrogen	0.95 – 1.20	0.22
Sulphur	1.29 – 3.42	1.20
Ash (including heavy metals such as nickel and vanadium)	0.19 – 0.35	0.35
Carbon – Hydrogen Ratio	18:1 – 24:1	910:1

2.2 Jenis *Petroleum coke*

Adapun terdapat beberapa jenis *petroleum coke*, diantaranya :

- *Sponge coke*, jenis yang paling umum dari *regular-grade petroleum coke*, digunakan sebagai bahan bakar padat. *Sponge coke* ditunjukkan pada Gambar 2.1 (a).
- *Needle coke*, *premium-grade petroleum coke* yang terbuat dari bahan baku minyak bumi khusus, digunakan dalam pembuatan elektroda grafit berkualitas tinggi untuk industri baja.
- *Shot coke*, dihasilkan dari bahan baku minyak bumi, digunakan sebagai bahan bakar, tetapi kurang diinginkan dibandingkan *sponge coke*. Jenis *petroleum coke* ini ditunjukkan pada Gambar 2.1 (b).
- *Purge coke*, diproduksi melalui *flexi-coking*, digunakan sebagai bahan bakar dalam *boiler*.
- *Catalyst coke*, karbon diendapkan pada katalis, yang digunakan dalam berbagai proses pemurnian, tetapi tidak dapat dipulihkan



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

dalam bentuk konsentrat. Keterangan gambar bias dilihat pada Gambar 2.1. (Anthony, 2013).



Source: John D. Elliott, Shot Coke: Design & Operations, http://www.fwc.com/publications/tech_papers/oil_gas/shotcoke.pdf.



Source: John D. Elliott, Shot Coke: Design & Operations, http://www.fwc.com/publications/tech_papers/oil_gas/shotcoke.pdf.

Gambar 2.1 Jenis *petroleum coke* ; (a) *sponge coke*, (b) *shot coke*

2.3 *Coke Making*

Saat ini, terdapat 3 jenis proses pengkokasan, yaitu *delayed*, *fluida*, dan *flexicoking*. Jenis yang paling banyak digunakan adalah *delayed coke*.

a) *Delayed Coke*

Delayed coking merupakan sebuah proses *thermal cracking* yang mengubah residu ke produk berupa aliran gas dan konsentrat kokas karbon. Hal ini disebut *delayed coking* karena *cracking* berlangsung di *coke drum*, bukan di *furnace* maupun di reaktor. Pertama, residu tersebut dipanaskan pada *furnace* dan kemudian dimasukkan ke bagian bawah kokas *drum*. Pada produk yang mengalami *crack* ringan menuju pada bagian atas *drum* dan mengirimnya ke sebuah *fractionator* yang dipisahkan oleh bensin, *naphtha*, minyak gas, dan produk yang lebih ringan lainnya. Pada *delayed coking*, salah satu *coking drum* diisi, sementara *drum de-coked* kedua dikosongkan. Proses ini pertama kali dikomersialkan pada tahun 1928, *delayed coking* mendominasi kilang minyak di AS yang mengolah minyak mentah berat.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

b) *Flexy-coking*

Flexy-coking merupakan proses *fluidized-bed thermal cracking kontinu* yang terintegrasi dengan gasifikasi kokas. Adapun *flexy-coking* mengkonversi sebagian besar kokas karbon ke karbon monoksida (CO), yang kemudian dicampur dengan karbon dan hidrokarbon ringan untuk memproduksi gas bahan bakar berkualitas rendah. Proses ini telah dikomersialisasikan pada 1976.

c) *Fluid coking*

Fluid coking merupakan sebuah variasi pada *flexy-coking* yang menggunakan pusaran untuk memisahkan kokas. Proses ini telah dikomersialkan pada waktu yang cukup lama, yaitu sekitar tahun 1954. (Anthony, 2013)

2.4 Pengaruh Kadar Sulfur

Sulfur dalam *petroleum coke* merupakan indikator yang penting pada penerapan aplikasinya. Hal ini secara langsung berkaitan langsung dengan kandungan sulfur dalam bahan baku *petroleum coke*, yaitu minyak. Sulfur dan senyawa sulfur dalam minyak akan mempersulit selama proses penyimpanan, pengolahan dan transportasi dimana sebagian kadarnya masuk ke dalam produk dan mengurangi kualitas produk tersebut. Masalah yang sering terjadi mengacu pada kontaminasi dan penonaktifan katalis, serta korosi sebagian dan pembentukan senyawa seperti SO_2 dan H_2S yang dapat menyebabkan masalah yang serius bagi kesehatan manusia dan lingkungan. Distribusi dan karakterisasi dari senyawa sulfur dalam minyak dan produknya sangat penting bagi keberhasilan penghilangan kandungan sulfur dengan menggunakan proses desulfurisasi yang berbeda. Sulfur adalah unsur ketiga (setelah karbon dan hidrogen) dalam fraksi berat minyak. Karena senyawa sulfur adalah campuran komposisi yang kompleks dalam bahan baku kokas, interaksi dengan senyawa lain kadang – kadang mempersulit proses identifikasi. Unsur sulfur, hidrogen sulfida, sulfida, disulfida, tiofena telah ditemukan dalam minyak dan fraksinya, tetapi sebagian besar sulfur hadir dalam



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

bentuk tiofena, sulfida, dan disulfida. Sulfur organik sangat dominan dalam *petroleum coke*. Untuk memutus rantai C - S dalam kelompok organik dapat dicapai dengan beberapa cara yaitu melalui proses kalsinasi pada temperatur tinggi, hidrosulfurisasi dan perlakuan dengan menggunakan larutan kimia dengan agen yang berbeda dan asam untuk upaya pemisahan kandungan sulfur. (Radenovic, 2009).

Yang menarik perhatian bagi para pengguna *petroleum coke* adalah kadar pengotor di dalamnya dan struktur fisika dari kokas tersebut. Pengotor dapat terbentuk dari elemen-elemen yang terikat secara kimia melalui pembentukan kokas, seperti molekul-molekul sulfur, vanadium, dan nikel. Pengotor (*impurities*) tersebut juga dapat terbentuk dari elemen-elemen yang memang ada di dalam kokas tersebut seperti silikon, besi, natrium, dan kalsium.

1. Sulfur : adalah elemen yang paling umum dijumpai di dalam minyak mentah. Jumlah sulfur dalam *petroleum coke* sangat diperhatikan bagi para penggunanya. Konsentrasi yang tinggi di dalam kokas yang membentuk anoda dapat menyebabkan masalah lingkungan pada produksi anoda, karena semua sulfur tersebut dilepaskan dalam bentuk SO_2/SO_3 ke atmosfer.

2. Vanadium : terkandung di dalam minyak mentah dan residunya hampir secara kuantitatif ditemukan sebagai senyawa kompleks purin di dalam kokas. Jumlah vanadium yang ada sangat diperhatikan dalam pembuatan anoda karena konsentrasi yang tinggi meningkatkan reaktifitas udara pada anoda. Dalam produksi aluminium (proses peleburan) vanadium dikurangi dan ditemukan sebagai pengotor dalam logam tersebut.

3. Nikel : terkandung di dalam minyak mentah dan seperti vanadium hampir secara kuantitatif dapat ditemukan di dalam kokas. Layaknya vanadium, nikel akan ditemukan di dalam aluminium.

4. Natrium : terjadi sebagai kontaminan dalam produksi minyak mentah. Jika ini tidak dihilangkan maka natrium akan berakhir di



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

dalam kokas. Sodium (natrium) memiliki dampak terhadap reaktivitas karboksi dari anoda.

5. Besi : terjadi sebagai kontaminan yang masuk sebagai pengotor. Seperti vanadium dan nikel yang akan berakhir sebagai pengotor dalam aluminium.

6. Kalsium : muncul sebagai senyawa organik maupun anorganik. Senyawa organik Ca terikat kepada asam naftenik dan asam fenolik dimana Ca memiliki dampak negatif terhadap reaktivitas CO_2 dari kokas. Sementara senyawa anorganik ada dalam bentuk CaCl_2 , CaCO_3 dan CaSO_4 . (Liu, 2004).

2.5 Tujuan Proses Desulfurisasi

Petroleum coke merupakan produk yang berharga, serta permintaan terhadap kokas dengan kadar sulfur rendah dengan kualitas tinggi terus meningkat. Saat ini semakin banyak kokas dengan kadar sulfur tinggi diproduksi, yang artinya kadar sulfur tersebut harus dikurangi sampai tingkat yang bisa diterima atau dihilangkan semuanya, tentu dengan batasan pengetatan kadar emisi sulfur oksida terhadap lingkungan. Proses desulfurisasi *petroleum coke* melibatkan *deasorpsi* sulfur anorganik yang hadir pada pori – pori kokas atau pada permukaan kokas, serta penghapusan sulfur organik yang melekat pada rangka karbon aromatik. Teknik desulfurisasi secara umum seperti dibawah ini :

- *Solvent extraction.*
- *Chemical treatment.*
- *Thermal desulphurization.*
- *Desulphurization in an oxidizing atmosphere.*
- *Desulphurization in an atmosphere of sulphurbearing gas.*
- *Desulphurization in an atmosphere of hydrocarbon gases.*
- *Hydrodesulphurization (Calcinations of petroleum coke).*

Hilangnya sulfur selama proses kalsinasi *petroleum coke* biasanya disebut sebagai desulfurisasi yang diakibatkan oleh pemanasan pada temperatur tinggi atau disebut desulfurisasi. Banyak makalah telah diterbitkan yang membahas hal ini, dan diketahui bahwa hilangnya sulfur akan meningkat saat temperatur



kalsinasi meningkat. Proses desulfurisasi meningkatkan mikro porositas dari kokas dan efek sifat negatif seperti kepadatan dan reaktivitas. (Edwards, 2007).

2.6 Desulfurisasi Secara Termal

Sebagian besar sulfur dalam *petroleum coke* berbentuk senyawa organik yang terikat pada matriks karbon. Struktur senyawa sulfur organik tidak banyak diketahui, tetapi tiofena adalah bentuk paling umum yang ditemukan dalam minyak mentah dan kokas. Pada temperatur sampai 850°C, setiap sulfur yang berada di pori – pori kokas hilang melalui proses sederhana. Pada rantai yang mengandung sulfur juga bisa terjadi pada temperatur ini dan mengakibatkan hilangnya sulfur. Untuk kokas yang terbuat dari gugus aromatik berlebih, proses penghilangan sulfur terjadi sangat kecil pada temperatur 850°C sampai mendekati temperatur 1300°C. Pada temperatur diatas 1300°C, proses desulfurisasi dapat meningkat drastis. Temperatur ini cukup tinggi untuk mengurangi komposisi senyawa sulfur-hidrokarbon seperti tiofena. Untuk peningkatan temperatur lebih lanjut diatas 1500°C belum tentu menyebabkan terjadinya peningkatan desulfurisasi karena hal ini bergantung juga pada sifat alami kokas. (Edwards Les Charles, 2007).

2.7 Karakteristik NaOH

NaOH atau sering disebut sebagai *caustic soda* yang dapat digunakan untuk meningkatkan pH pada *ballast water* hingga pH menjadi 12. Pada pH yang tinggi ini, telah ditunjukkan dapat menonaktifkan berbagai organisme. Apabila NaOH padat dimasukkan ke dalam air maka akan menyebabkan terionisasinya NaOH menjadi ion Na^+ (sodium) dan OH^- (hidroksida). Saat ini, natrium hidroksida sebagian dihasilkan dari elektrolisis larutan natrium klorida. Manfaat natrium hidroksida sangat banyak ditemukan pada pembuatan sabun, detergen, tekstil, dan lain-lain. Adapun NaOH memiliki sifat eksotermis atau menghasilkan panas (sistem ke lingkungan).



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Tabel 2.4 Karakteristik NaOH (*Appedix Physical Properties*, 2005)

Karakteristik	Nilai
Massa Jenis	2.13 g/cc
Berat Molekul	39.997 g/mol
Panas Fusi	165.012 J/g
Panas Vapor	4375.33 J/g
Kapasitas Panas	1.48761 J/g°C
Titik Lebur	323 °C
Titik Didih	1388 °C
Panas Pembentukan	-425.6 kJ/mol

2.8 NaOH Pada Proses Desulfurisasi

Aspek penting dari proses hidrodesulfurisasi dengan bantuan NaOH (sebagai reagen) adalah sangat tingginya kemampuan penghilangan sulfur yang dapat dicapai ketika kokas direndam pada NaOH. Kebanyakan senyawa sulfur organik terdistribusi secara merata dalam granula kokas. Hidrogen dapat menyebar dan bereaksi dengan senyawa unsur untuk membentuk H_2S . Namun untuk H_2S berdifusi keluar tampaknya sulit karena pori – pori dari kokas tertutup. Hal ini memungkinkan bahwa selama peresapan dan pengeringan merupakan proses yang dianggap sebagai aktivasi reaksi, rantai C - S melemah dan senyawa sulfur reaktif dapat berdifusi menuju permukaan granula dan akan mudah bereaksi dengan hidrogen untuk membentuk H_2S . H_2S sekarang terbentuk pada permukaan luar granula, laju reaksinya dapat dibatasi, dan bukan oleh pori – pori yang terdifusi. Berikut mekanisme yang dapat menjelaskan proses desulfurisasi dari kokas. Besar kemungkinan senyawa sulfur dalam kokas mungkin hadir sebagai sulfida organik dari jenis R–S–R, dimana R bisa menjadi gugus aromatik atau gugus alifatik :



Hal ini memungkinkan bahwa NaOH yang dihasilkan dapat membantu dalam meningkatkan proses desulfurisasi. Selain itu, pengaruh Na dalam proses desulfurisasi juga membantu untuk mengikat sulfur yang ada, disaat H_2S berikatan dalam fase gas. Na_2S akan berikatan dalam fase padatan yang terbentuk dari hasil endapan. Endapan Na_2S terbentuk oleh hasil dari proses hidrodesulfurisasi. Ikatan Na – S ini kemungkinan akan menghasilkan pengotor pada kokas. (George, 1982)

2.9 Penelitian Sebelumnya

Adapun hasil penelitian desulfurisasi *petroleum coke* yang dilakukan dengan judul oleh Saselah (2015) menyimpulkan bahwa, semakin lama waktu *holding* pada proses desulfurisasi maka kadar sulfur semakin menurun. Pada waktu *holding* selama 2 jam didapatkan bahwa kadar sulfur akhir yang terkandung adalah sebesar 0,302%, dengan kadar karbon akhir yang terkandung sebesar 91,07%. Pada waktu *holding* selama 4 jam didapatkan bahwa kadar sulfur akhir yang terkandung adalah sebesar 0,29%, dengan kadar karbon akhir yang terkandung sebesar 92,39%. Pada waktu *holding* selama 6 jam didapatkan bahwa kadar sulfur akhir yang terkandung adalah sebesar 0,26%, dengan kadar karbon akhir yang terkandung sebesar 93,41%, sehingga dapat disimpulkan bahwa waktu pembakaran paling efektif dilakukan selama 6 jam. Dan semakin lama waktu *holding*, maka ikatan sulfur pada *calcined petroleum coke* semakin banyak yang terurai dan berikatan dengan NaOH. (Wira, 2015).

Dari hasil penelitian desulfurisasi *petroleum coke* yang pernah dilakukan oleh Ruth (2016) menyimpulkan bahwa, semakin tinggi molaritas NaOH pada perendaman *calcined*



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

petroleum coke di proses desulfurisasi, maka kemampuan desulfurisasi dan kadar karbon pada *calcined petroleum coke* semakin meningkat. Kemampuan desulfurisasi didapatkan sebagai berikut, pada 2,5M didapatkan kadar sulfur sebanyak 0.2289% dengan derajat desulfurisasi 35,79%, dan persentase kadar karbon sebesar 97,875%. Pada molaritas 3M didapatkan kadar sulfur sebanyak 0.2239% dengan derajat desulfurisasi 35,18%, dan persentase kadar karbon sebesar 98,205%. Pada molaritas 3,5M didapatkan kadar sulfur sebanyak 0.2134% dengan derajat desulfurisasi 40,14%, dan persentase kadar karbon sebesar 98,225%. Kemampuan desulfurisasi yang terbaik adalah pada konsentrasi NaOH 3,5M. Molaritas NaOH 2,5M, 3M, dan 3,5M pada proses desulfurisasi ini sudah cukup untuk memutus ikatan kimia sulfur organik pada *calcined petroleum coke*. (Ruth, 2016).

Kemudian penelitian desulfurisasi *petroleum coke* yang dilakukan oleh Mardhyanto (2016) menyimpulkan bahwa, semakin tinggi temperatur pemanasan *calcined petroleum coke* pada proses desulfurisasi, maka kemampuan desulfurisasi semakin meningkat dan kadar karbon semakin besar, dengan persentase sulfur dan derajat desulfurisasi tertinggi adalah pada temperatur 900°C dengan kadar sulfur sebesar 0,1479% S dan persentase penurunan kadar sulfur sebesar 58,51%. Kadar karbon paling besar terdapat pada temperatur 900°C yaitu 98,605% C. Dan temperatur pemanasan 700°C, 800°C, dan 900°C sudah cukup untuk memutus ikatan kimia sulfur organik pada *calcined petroleum coke*. (Mardhyanto, 2016)



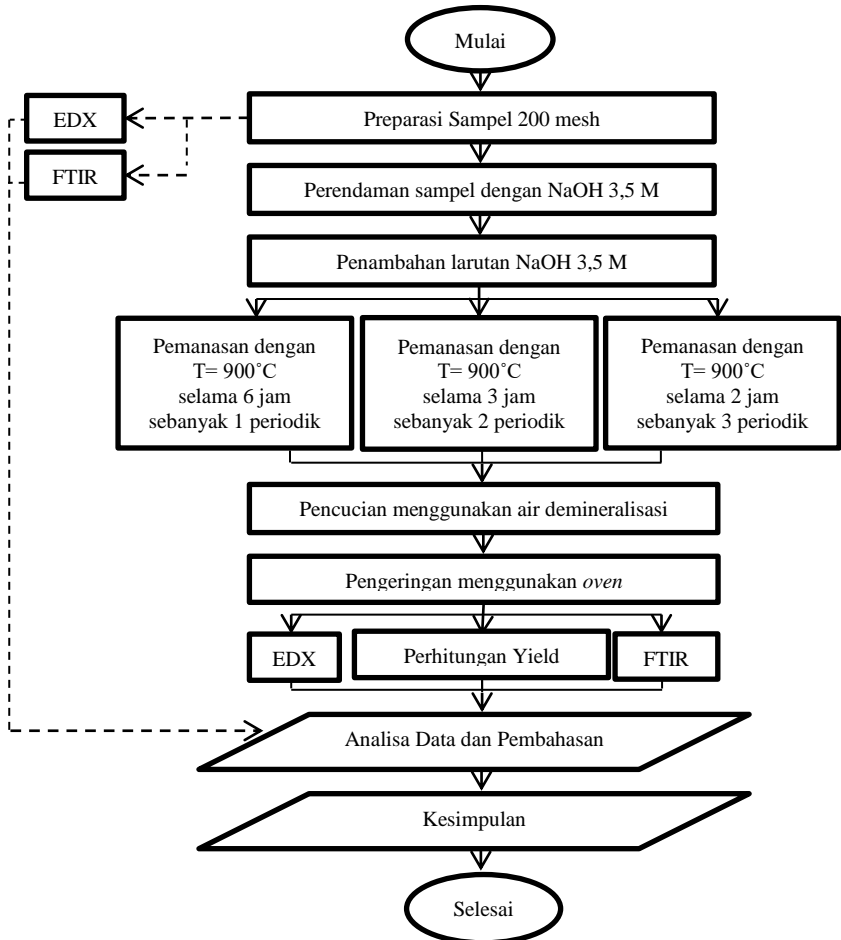
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian



3.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini, antara lain :

1. *Calcined Petroleum Coke*

Petroleum coke yang digunakan dalam penelitian ini adalah *petroleum coke* yang sudah terkalsinasi berasal dari Dumai, Riau yang di tumbuk hingga mencapai ukuran butir 200 mesh.



Gambar 3.2 *Calcined petroleum coke*

Tabel 3.1 Komposisi *calcined petroleum coke*.

Elemen	Kadar (%)
C	98,46
S	1,54

2. Natrium Hidroksida (NaOH)

Larutan natrium hidroksida menggunakan NaOH molaritas 3,5 M.



Gambar 3.3 Natrium Hidroksida (NaOH)



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3. *Dmin Water*

Dmin water digunakan dalam proses pencucian *calcined petroleum coke* setelah proses pemanasan.



Gambar 3.4 *Dmin Water*

3.3. Peralatan Penelitian

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini, antara lain :

1. *Reaktor Rotary Autoclave*

Reaktor rotary autoclave merupakan peralatan utama dalam penelitian ini, dimana temperatur operional yang dilakukan mencapai 900°C.



Gambar 3.5 *Reaktor Rotary Autoclave*



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

2. Screener

Screener digunakan untuk menghomogenkan ukuran sampel yakni hingga mencapai ukuran 200 mesh *calcined petroleum coke*.



Gambar 3.6 *Screener*

3. Termokopel

Termokopel digunakan untuk mengukur temperatur kerja di dalam reaktor selama proses desulfurisasi berlangsung.



Gambar 3.7 Termokopel



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

4. Mesin FTIR

Mesin FTIR *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FT-IR) adalah mesin uji yang digunakan untuk pengujian ikatan kimia dan gugus fungsi dalam *calcined petroleum coke*.



Gambar 3.8 Mesin FTIR

5. Mesin EDX

Mesin EDX adalah mesin uji yang digunakan untuk mendeteksi jumlah kadar karbon dan sulfur maupun elemen lain pada sampel.



Gambar 3.9 Mesin EDX



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

6. Kertas PH

Kertas PH digunakan untuk mengetahui PH larutan, hasil pencucian *calcined petroleum coke* dengan air demineralisasi.



Gambar 3.10 Kertas PH

7. Gelas Kimia

Gelas kimia adalah alat yang digunakan untuk membuat larutan NaOH, wadah penyaringan dan untuk proses pencucian produk *calcined petroleum coke*.



Gambar 3.11 Gelas Kimia



8. Oven

Oven digunakan untuk proses pengeringan produk *calcined petroleum coke* yang telah di desulfurisasi.



Gambar 3.12 Oven

9. Alat Tumbuk

Alat tumbuk digunakan untuk menghancurkan butiran *calcined petroleum coke* ke ukuran 200 mesh.



Gambar 3.13 Alat Tumbuk



3.4 Pelaksanaan Penelitian

1. Preparasi sampel

Calcined petroleum coke di tumbuk dan dilakukan pengayakan dengan ukuran butir 200 mesh. Kemudian diuji dengan EDX dan FTIR untuk mengetahui kandungan unsur awal seperti kandungan sulfur, karbon, dan mengetahui ikatan kimia dan gugus fungsi pada *calcined petroleum coke*. Pada proses preparasi ini pun juga dilakukan pengeringan dengan *oven* untuk memastikan *calcined petroleum coke* yang akan dipakai dalam kondisi yang kering dan terbebas dari air selama 2 jam dengan temperatur 150°C.

2. Perendaman NaOH

Calcined petroleum coke dimasukkan ke dalam gelas kimia yang berisi larutan 100ml NaOH 3,5 M untuk dilakukan perendaman. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan sulfur organik pada *calcined petroleum coke*. Adanya reaksi antara *calcined petroleum coke* dan NaOH mengakibatkan putusny rantai ikatan antara unsur C dengan S. Proses perendaman dilakukan selama 18 jam hingga *calcined petroleum coke* seluruhnya telah terendam larutan NaOH kemudian dipisahkan menggunakan kertas saring.

3. Penambahan NaOH

Calcined petroleum coke selanjutnya dimasukkan ke dalam reaktor *rotary autoclave* dan ditambahkan larutan NaOH 3,5M sebanyak 100ml. Penambahan NaOH pada 1 periodik dimasukan seluruhnya sebanyak 100ml larutan NaOH, pada 2 periodik dimasukan 50ml larutan NaOH pada periodik pertama dan 50ml larutan NaOH pada periodik kedua, pada 3 periodik dimasukan 33,33ml larutan NaOH pada periodik pertama, 33,33ml larutan NaOH pada periodik kedua, dan 33,33ml larutan NaOH pada periodik ketiga.



3. Proses Pemanasan

Calcined Petroleum coke dipanaskan dalam reaktor pada temperatur 900°C dengan waktu 6 jam sebanyak 1 periodik, 2 jam sebanyak 3 periodik, dan 3 jam sebanyak 2 periodik yang bertujuan untuk menghilangkan unsur sulfur. Untuk seluruh proses *trial* dilakukan penambahan total 100ml NaOH 3,5M kedalam reaktor *rotary autoclave*. Waktu periodik adalah proses pemanasan yang berlangsung beberapa kali dengan total waktu yang sama (selama 6 jam) dengan sekmentasi yang berbeda tiap *trial*. Pada *trial* yang pertama ditambahkan 100ml larutan NaOH dan dilakukan pemanasan selama 6 jam. Pada *trial* yang kedua ditambahkan 50ml larutan NaOH dan dilakukan pemanasan selama 3 jam, didinginkan, kemudian ditambahkan lagi 50ml larutan NaOH dan dilakukan pemanasan selama 3 jam. Pada *trial* yang ketiga ditambahkan 33.33ml larutan NaOH dan dilakukan pemanasan selama 2 jam, didinginkan, kemudian ditambahkan lagi 33.33ml larutan NaOH dan dilakukan pemanasan selama 2 jam, didinginkan, kemudian ditambahkan lagi 33.33ml larutan NaOH dan dilakukan pemanasan selama 2 jam

4. Pencucian

Setelah proses pemanasan, dilakukan proses pencucian pada gelas kimia menggunakan air demineralisasi. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan sisa – sisa pengotor pada *calcined petroleum coke*. Proses pencucian dilakukan hingga *calcined petroleum coke* terendam seluruhnya dengan waktu perendaman 18 jam tiap pencucian. Proses pencucian dilakukan hingga PH mencapai nilai netral (PH=7).

5. Pengeringan

Proses pengeringan dilakukan dengan menggunakan *oven*. Proses ini bertujuan agar *calcined petroleum coke* yang telah terdesulfurisasi menjadi kering dan terbebas dari air demineralisasi. Pengeringan dilakukan selama 2 jam dengan temperatur 150 °C.



6. Karakterisasi

Pengujian karakterisasi yang dilakukan terhadap hasil *calcined petroleum coke* setelah melalui proses desulfurisasi adalah sebagai berikut :

- **EDX**

Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy atau EDX adalah suatu teknik yang digunakan untuk menganalisa elemen atau karakterisasi kimia dari suatu sampel. Prinsip kerja dari alat ini adalah metode spektroskopi, dimana elektron ditembakkan pada permukaan sampel, yang kemudian akan memancarkan X-Ray. Energi tiap – tiap photon X-Ray menunjukkan karakteristik masing – masing unsur yang akan ditangkap oleh detektor EDX, kemudian secara otomatis akan menunjukkan puncak–puncak dalam distribusi energi sesuai dengan unsur yang terdeteksi. Hasil yang didapatkan dari pengujian EDX adalah berupa grafik energy (KeV). Dari data grafik tersebut kita bisa melihat unsur – unsur apa saja yang terkandung di dalam suatu sampel Serta dengan pengujian EDX, didapatkan pula persentase dari suatu unsur yang terkandung di dalam suatu sampel.

- **Uji Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)**

Fourier Transform Infrared memiliki tujuan untuk mengetahui ikatan kimia dan gugus fungsi yang terkandung pada sampel *calcined petroleum coke* sebelum dan sesudah proses desulfurisasi dilakukan. Prinsip kerja FTIR adalah mengukur transmittan atau absorban suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang.

- **Perhitungan Yield**

Perhitungan Yield adalah bertujuan untuk menghitung persentase pengurangan berat *calcined petroleum coke* selama proses desulfurisasi dilakukan, dimana perhitungan dilakukan dengan cara membagi antar *calcined petroleum coke* sesudah *trial* dengan sebelum *trial* lalu dikalikan 100 persen.



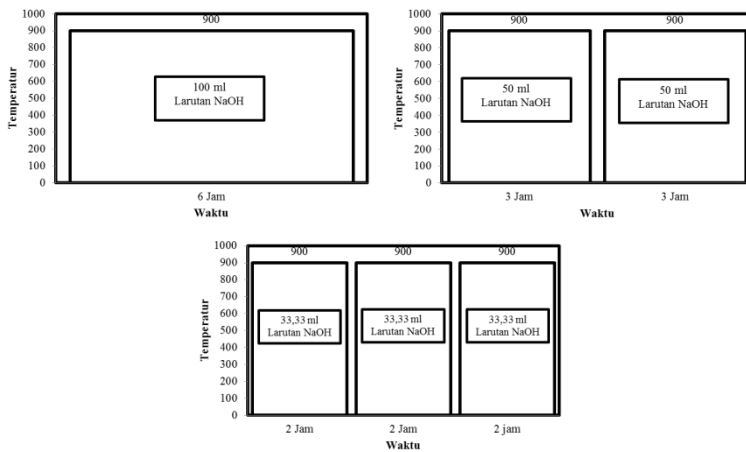
BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.5 Rancangan Penelitian

Rancangan penelitian dari penelitian ini tertera pada Tabel 3.2 berikut.

Tabel 3.2 Rancangan penelitian

Variasi waktu periodik	Sulfur (%)	Karbon (%)	FTIR	Yield (%)
6 jam (1 periodik)	✓	✓	✓	✓
3 jam (2 periodik)	✓	✓	✓	✓
2 jam (3 periodik)	✓	✓	✓	✓



Gambar 3.14 Skema variasi pemanasan periodik dengan penambahan larutan NaOH



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB IV

ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakteristik *Calcined Petroleum Coke*

Pada penelitian proses desulfurisasi ini menggunakan bahan dasar yaitu *calcined petroleum coke* yang berasal dari Dumai, Riau. Berdasarkan pengamatan secara visual, *calcined petroleum coke* yang digunakan berbentuk kerikil yang ukurannya masih belum homogen. Adapun karakteristik visual ditunjukkan pada Gambar 4.1 di bawah ini:



Gambar 4.1 *Calcined petroleum coke* dari Dumai, Riau.

Berdasarkan Gambar 4.1, memperlihatkan bahwa *calcined petroleum coke* berwarna hitam dan ukurannya tidak homogen, sehingga Proses awal penelitian dimulai dengan preparasi *calcined petroleum coke* melalui proses penumbukan secara manual, kemudian dilakukan penyaringan ke ukuran 200 mesh. Ukuran yang homogen ini nantinya akan mewakili keseluruhan daerah permukaan dari *calcined petroleum coke*. Disamping itu berdasarkan pengelihatian secara visual, *calcined petroleum coke* mengindikasikan adanya unsur karbon di dalamnya berdasarkan karakteristik unsur karbon tersebut. Adapun pengamatan visual hanya memberikan data mengenai perkiraan unsur yang dominan dari *calcined petroleum coke* yaitu karbon, tetapi pengamatan secara visual ini belum dapat memastikan unsur-unsur lainnya yang terdapat di dalam *calcined petroleum coke*. Maka dari itu, perlu dilakukan beberapa pengujian, meliputi pengujian EDX dan FTIR. Pengujian EDX dilakukan untuk mengetahui kadar karbon dan unsur-unsur lainnya (dalam penelitian ini terkhusus kandungan sulfur), sedangkan pengujian FTIR dilakukan untuk mengetahui ikatan



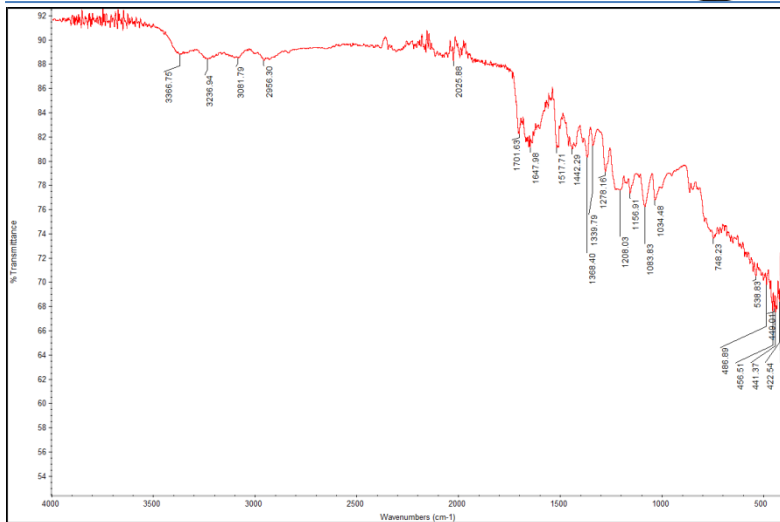
BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

kimia pada *calcined petroleum coke*. Sebelum dilakukan pengujian EDX, perlu dilakukan *sampling*, tahapan ini dilakukan untuk menentukan unsur dan komposisi bahan dasar *calcined petroleum coke* sebelum di *treatment*. Data ini nantinya akan digunakan sebagai pembanding untuk proses *treatment* yang akan dilakukan. Berikut adalah data persentase sulfur hasil uji EDX pada *calcined petroleum coke* tanpa perlakuan.

Tabel 4.1 Data persentase karbon dan sulfur pada *calcined petroleum coke* bahan dasar.

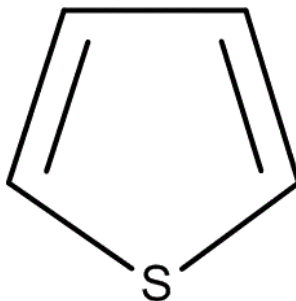
Elemen	Kadar (%)
Karbon (C)	98,46
Sulfur (S)	1,54

Berdasarkan pengujian yang dilakukan menggunakan pengujian EDX, didapatkan nilai persentase unsur karbon sebesar 98,46%C dan persentase sulfur adalah 1,54%S. Diharapkan melalui proses desulfurisasi ini nantinya bisa didapatkan kadar sulfur yang rendah dengan kadar karbon yang tetap tinggi. *Calcined petroleum coke* didominasi oleh senyawa— senyawa hidrokarbon dan biasanya terdiri dari senyawa aromatik atau alifatik. Dalam hal ini, penting untuk menganalisis gugus fungsi dan ikatan kimia yang terdapat pada *calcined petroleum coke* sehingga dilakukan pengujian FTIR untuk mengetahui ikatan kimia dan gugus fungsi. Nantinya data hasil pengujian FTIR bahan dasar akan digunakan sebagai data pembanding dengan *calcined petroleum coke* yang telah dilakukan proses *treatment*. Pada pengujian FTIR didapatkan data berupa puncak (*peak*) pada grafik hubungan antara *wavenumber* (cm^{-1}) dan *transmittance* (%). Dari grafik tersebut nantinya dapat diketahui ikatan kimia yang terdapat pada *calcined petroleum coke*. Gambar grafik *peak* FTIR ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Hasil pengujian FTIR pada *calcined petroleum coke* bahan dasar.

Berdasarkan hasil pengujian FTIR pada *calcined petroleum coke* bahan dasar diperoleh beberapa puncak (*peak*), yang selanjutnya hasil grafik tersebut di dicocokkan dengan daftar gugus fungsi FTIR dan dianalisis hasilnya untuk mengetahui gugus fungsi dan jenis ikatan yang terbentuk. Senyawa penyusun *calcined petroleum coke* bahan dasar didominasi dari senyawa – senyawa tiofena.



Gambar 4.3 Struktur kimia tiofena



BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

Pada Gambar 4.2 grafik tersebut menunjukkan banyak daerah serapan yang kemudian dicocokkan dengan range titik getaran berikut :

1. O – H str ($3400 - 3230 \text{ cm}^{-1}$)
2. R – OH str ($3200 - 1700 \text{ cm}^{-1}$)
3. C=C alkana ($1680-1600 \text{ cm}^{-1}$)
4. $-\text{CH}_3$ (bend) Alkana (1450 cm^{-1} dan 1375 cm^{-1})
5. $\text{C}_4\text{H}_2 - \text{S}$ (tiofena) ($1375-1340 \text{ cm}^{-1}$)
6. C-O Alcohols ($1300-1000 \text{ cm}^{-1}$)
7. 2- alkyl thiophenes ($770-735 \text{ cm}^{-1}$).

Berdasarkan *range* tersebut, berikut adalah Tabel 4.2 yang menunjukkan daerah serapan dan ikatan kimia untuk puncak *calcined petroleum coke* bahan dasar.

Tabel 4.2 Daerah serapan dan ikatan kimia untuk *peak calcined petroleum coke* bahan dasar.

Peak FTIR (cm^{-1})	Jenis ikatan	Nama	Transmittance (%)
3366,75	O-H str	Hidroksil	88,75
3236,94			88,5
3081,79	R – OH str	Hidroksil	88,5
2956,30			88,5
2025,88			88,25
1701,63			82,5
1647,98			81
1517,71	C = C	Alkena	81,1
1442,29	- CH_3 (bend)	Alkana	81
1368,40	$\text{C}_4\text{H}_4 - \text{S}$	Aromatik (Tiofena)	80,4
1339,79			81,3
1278,16	C – O	Alkohol	79,2
1208,03			77,7
1156,91			77,4
1083,83			76,3
1034,48			76,9
748,23	$\text{C}_4\text{H}_4\text{S} - \text{R}$ $\text{C}_4\text{H}_4\text{S} - \text{R}$	Aromatik (2 alkyl tiofena)	73,1



Puncak paling tinggi pada *calcined petroleum coke* bahan dasar memiliki daerah serapan sebanyak 3366.75 cm^{-1} dan 3236.94 cm^{-1} yang menunjukkan ikatan kimia O-H *stretch* dengan *transmittance* 88.75% dan 88.5%. Selain itu juga terdapat ikatan kimia R-OH yang berada pada puncak 3081.79 cm^{-1} dengan *transmittance* 88.5%, 2956.30 cm^{-1} dengan *transmittance* 88.5%, 2025.88 cm^{-1} dengan *transmittance* 88.25%, dan 1701.63 cm^{-1} dengan *transmittance* 82.5%. Pada puncak 1647.98 cm^{-1} dengan *transmittance* 81 % dan 1517.71 cm^{-1} mengindikasikan gugus alkena dengan *transmittance* 81.1%. Pada daerah serapan 1442.29 cm^{-1} dengan *transmittance* 81% mengindikasikan gugus alkana. Puncak 1368.40 cm^{-1} dengan *transmittance* 80.4% dan 1339.79 cm^{-1} mengindikasikan gugus aromatik (tiofena) dengan *transmittance* 81.3%. Kemudian, puncak 1278.16 cm^{-1} dengan *transmittance* 79.2%, 1208.03 cm^{-1} dengan *transmittance* 77.7%, 1156.91 cm^{-1} dengan *transmittance* 77.4%, 1083.83 cm^{-1} dengan *transmittance* 76.3%, 1034.48 cm^{-1} dengan *transmittance* 76.9% mengindikasikan gugus *alcohol*. Daerah serapan dengan *wavelength* 748.23 cm^{-1} pada *calcined petroleum coke* menunjukkan adanya intensitas daerah serapan ikatan kimia tiofena *stretch* dan 2- alkyl tiofena sebesar 73,1 % dengan gugus fungsi aromatik.

4.2 Pengaruh Waktu Periodik Terhadap Kadar Sulfur Pada *Calcined Petroleum Coke*

4.2.1 Hasil Pengujian EDX

Pengujian EDX merupakan pengujian yang bertujuan untuk mendapatkan data berupa kadar suatu unsur (sulfur dan karbon) pada proses desulfurisasi *calcined petroleum coke*. Pengujian ini dilakukan pada sampel yang telah disiapkan, yaitu *calcined petroleum coke non treatment*, *calcined petroleum coke* pemanasan 1 periodik, *calcined petroleum coke* pemanasan 2 periodik, dan *calcined petroleum coke* pemanasan 3 periodik, yang masing-masing jika dijumlahkan waktu pemanasannya adalah sama yaitu selama 6 jam. Setelah dilakukan perendaman



BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

dengan 100 ml larutan NaOH 3,5M dan penambahan larutan NaOH sebanyak 100ml, selanjutnya dilakukan pemanasan selama 6 jam dengan variable tetap yaitu temperatur 900°C menggunakan reaktor *rotary autoclave*. Setelah itu dilakukan pencucian dengan *demineral water* hingga larutan mencapai PH netral (PH=7). Kemudian sampel dikeringkan agar terbebas dari air hasil demineralisasi menggunakan oven dengan temperatur pemanasan 150°C selama 2 jam. Adapun pengujian EDX yang dilakukan untuk masing-masing sampel bertujuan untuk mendapatkan data perbandingan kadar *calcined petroleum coke non treatment* dengan *calcined petroleum coke* yang mengalami variasi pemanasan periodik. Adapun kadar sulfur pada *calcined petroleum coke* dasar adalah 1,54%S dengan kadar karbon 98,46%C. Setelah dilakukan proses desulfurisasi dengan variasi pemanasan periodik dengan temperatur konstan 900°C selanjutnya dilakukan pengujian. Adapun hasil pengujian EDX pada *calcined petroleum coke* setelah proses desulfurisasi dapat dilihat pada Tabel 4.3.

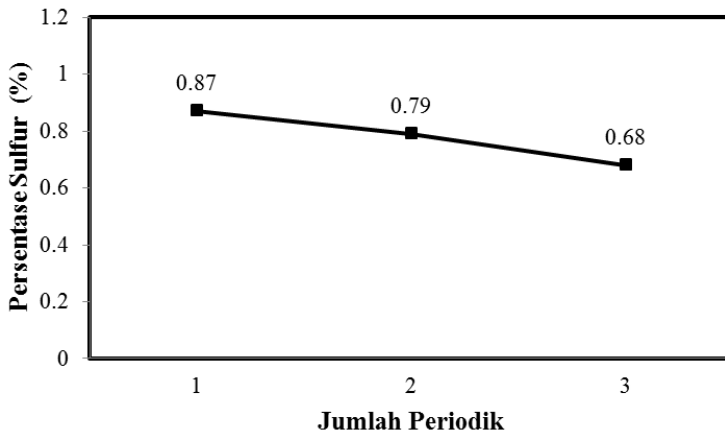
Tabel 4.3 Hasil pengujian EDX untuk variasi pemanasan periodik.

Variasi waktu periodik	C (%)	S (%)	Na (%)
Tanpa perlakuan	98,46	1,54	
1 Periodik	95,97	0,87	3,16
2 Periodik	95,42	0,79	3,79
3 Periodik	89,45	0,68	9,86

Berdasarkan Tabel 4.3, dapat diketahui bahwa sebelum dilakukan proses pemanasan, unsur karbon dan sulfur yang terdapat pada *calcined petroleum coke* adalah sebesar 98,46%C dan 1,54%S. Pada proses desulfurisasi dengan pemanasan 1 periodik didapatkan persentase karbon adalah 95,97%C dengan persentase sulfur adalah 0,87%S, untuk pemanasan 2 periodik didapatkan persentase karbon adalah sebesar 95,42%C dengan persentase sulfur adalah 0,79%S, dan untuk pemanasan 3 periodik didapatkan persentase karbon adalah sebesar 89,45%C dengan persentase sulfur adalah 0,68%S. Berdasarkan hasil tersebut



diketahui bahwa semakin banyak jumlah periodik proses pemanasan, maka akan meningkatkan derajat desulfurisasi melalui penurunan persentase sulfur pada *calcined petroleum coke*. Disamping itu untuk seluruh variasi waktu periodik pada proses desulfurisasi, kadar karbon yang terkandung masih tinggi, yaitu berkisar 90%C. Dari hasil pengujian EDX tersebut juga diketahui bahwa terjadi penurunan kadar karbon dengan semakin banyaknya jumlah periodik pemanasan, hal ini dipengaruhi oleh keberadaan unsur natrium yang terdapat didalam *calcined petroleum coke tretment*. Keberadaan unsur natrium ini mengindikasikan bahwa pada pemanasan 3 periodik yang pertama dan kedua, sudah cukup banyak natrium yang berikatan dengan sulfur untuk membentuk senyawa Na_2S . Hal tersebut menyebabkan pada pemanasan 3 periodik yang ketiga ditemukan cukup banyak unsur Na yang mempengaruhi kadar karbon didalam *calcined petroleum coke*.



Gambar 4.4 Grafik hubungan antara jumlah periodik pemanasan dengan persentase sulfur pada *calcined petroleum coke*.

Berdasarkan Gambar 4.3 terlihat bahwa *calcined petroleum coke* dengan pemanasan 3 periodik menghasilkan *calcined petroleum coke* dengan persentase sulfur yang paling



BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

rendah (desulfurisasi terbaik) yaitu 0,68% S. Grafik hubungan jumlah periodik dengan persentase sulfur tidaklah linear, ketidak linearan ini dipengaruhi beberapa faktor, diantaranya *heatloss* pada rangkaian sistem pemanasan selama proses, motor yang sesekali berhenti berputar akibat kerusakan pada motor sehingga diperlukan waktu 5-15 menit untuk perbaikan dengan proses pemanasan yang tetap berlangsung, faktor *human error* juga mempengaruhi hasil akhir. Penurunan persentase sulfur pada *calcined petroleum coke* terjadi cukup tajam di pemanasan 3 periodik, hal tersebut dapat terjadi karena pengaruh pemanasan 3 periodik dan penambahan larutan NaOH yang juga tersegmentasi kedalam *calcined petroleum coke*, akibatnya NaOH yang bereaksi dengan sulfur akan berikatan lebih banyak, menyeluruh dan terjadi lebih efektif dibandingkan periodik yang lainnya. Penambahan larutan NaOH pada *calcined petroleum coke* akan disesuaikan, dimana tiap segmennya akan ditambahkan larutan NaOH (33,33ml larutan NaOH x 3 kali penambahan, untuk pemanasan 3 periodik).

Menurut George, dkk (1982), pada penelitian tersebut menyatakan bahwa senyawa sulfur organik terdistribusi merata didalam granula *coke*. Hidrogen dapat berdifusi kearah dalam dan bereaksi dengan senyawa sulfur untuk membentuk H_2S . Akan tetapi H_2S yang telah terbentuk, sulit untuk keluar dikarenakan adanya pori yang menghalangi. Hal tersebut mungkin terjadi selama proses peresapan dan pengeringan, yang mana hal ini dapat dianggap sebagai proses aktivasi, dimana ikatan C-S akan dilemahkan dan senyawa sulfur dapat berdifusi menuju permukaan granula dimana dengan mudah bereaksi dengan hidrogen untuk membentuk H_2S . H_2S kini terbentuk pada lapisan luar permukaan granuladan besar kemungkinan senyawa sulfur pada *coke* hadir dalam bentuk organik sulfida.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Edwards Les Charles dkk (2007), menyatakan bahwa pada temperatur diatas $850\text{ }^{\circ}\text{C}$, sulfur yang terletak pada pori akan hilang melalui proses desorpsi. Sedangkan untuk gugus aromatik berlebih, sangat



sedikit sulfur yang hilang pada temperatur antara 850 °C - 1300°C. Pada temperatur diatas 1300°C, proses desulfurisasi mengalami peningkatan yang signifikan. Temperatur ini cukup tinggi untuk memutus ikatan kimia sulfur (dekomposisi) senyawa sulfur-hidrokarbon seperti tiofena.

Dari hasil penelitian Ruth (2016), menyatakan bahwa semakin tinggi molaritas NaOH yang digunakan, maka semakin reaktif dalam mengikat sulfur sehingga meningkatkan derajat desulfurisasi pada proses desulfurisasi dan menurunkan persentase sulfur. Hal tersebut telah sesuai dengan hasil yang didapat pada penelitian dimana semakin meningkatnya molaritas NaOH, maka semakin rendah kadar sulfur pada *calcined petroleum coke* yang didapat, yaitu pada variabel molaritas NaOH 2,5 M, 3M dan 3,5M. Sehingga dapat disimpulkan bahwa molaritas NaOH terbaik dalam proses desulfurisasi adalah 3,5M.

Berdasarkan hasil yang di peroleh Arif (2016), dapat di simpulkan bahwa ukuran butir yang efektif dalam proses desulfurisasi adalah ukuran butir 100 mesh. Ukuran butir *calcined petroleum coke* juga berpengaruh terhadap proses desulfurisasi. Semakin kecil ukuran butir, maka luas permukaan kontak untuk bereaksi dengan NaOH semakin besar. Hal ini meningkatkan laju reaksi pula. Hasil ini di dukung dengan penurunan kadar sulfur yang paling tinggi dari variabel–variable lainnya. Sehingga dapat di simpulkan hubungan yang terjadi yaitu semakin kecil ukuran butir pada desulfurisasi *calcined petroleum coke* menyebabkan penurunan kadar sulfur pada *calcined petroleum coke*.

Selain ukuran butir, *holding time* juga berpengaruh terhadap derajat desulfurisasi *calcined petroleum coke*. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Wira (2015), semakin lama *holding time* yang diberikan, maka derajat desulfurisasi pada *calcined petroleum coke* semakin meningkat. Hal tersebut karena ikatan sulfur pada *calcined petroleum coke* semakin banyak yang terurai. Dengan terurainya sulfur menyebabkan semakin mudahnya ikatan dengan senyawa alkali NaOH. Penambahan *holding time* pada proses desulfurisasi



BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

meningkatkan daya serap sulfur selama proses terjadi. Waktu pembakaran yang efektif dilakukan adalah holding selama 6 jam.

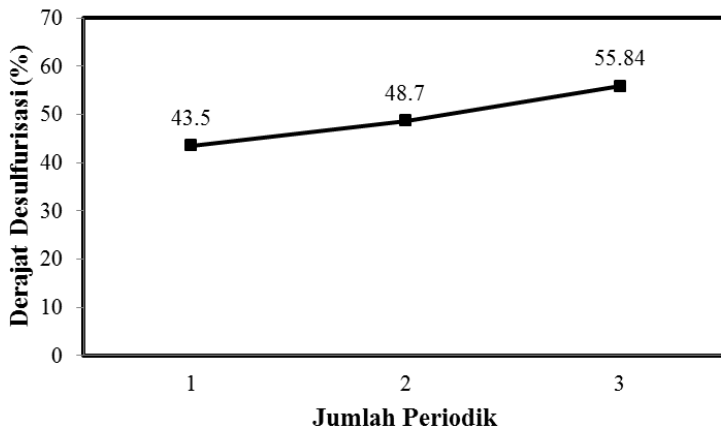
Berdasarkan data yang telah didapatkan dari pengujian EDX, dapat diketahui persentase pengurangan kadar sulfur dalam *calcined petroleum coke*. Perhitungan persentase pengurangan kadar sulfur dapat dihitung dengan :

$$\% = \frac{\text{sulfur awal} - \text{sulfur akhir}}{\text{sulfur awal}} \times 100\% \dots\dots (4.1)$$

Dengan menggunakan rumus diatas, didapatkan persentase pengurangan kadar sulfur untuk setiap variasi waktu periodik yang digunakan, seperti pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Persentase penurunan kadar Sulfur.

Variabel waktu periodik	S (%)	Derajat Desulfurisasi (%)
1 periodik	0,87	43,5
2 periodik	0,79	48,70
3 periodik	0,68	55,84



Gambar 4.5 Grafik hubungan antara jumlah periodik pemanasan dengan derajat desulfurisasi pada *calcined petroleum coke*.



BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan data Tabel 4.4, diketahui bahwa terjadi penurunan pada kadar sulfur di dalam *calcined petroleum coke* yang terdesulfurisasi dengan variasi waktu periodik, kemudian diplot kedalam grafik, untuk melihat derajat desulfurisasi yang semakin meningkat dengan semakin banyaknya jumlah periodik sesuai dengan Gambar 4.4. Hasil tersebut telah sesuai berdasarkan data-data hasil pengujian maupun penelitian-penelitian yang ada sebelumnya, sehingga dapat disimpulkan bahwa semakin meningkatnya waktu periodik, maka semakin tinggi derajat desulfurisasi pada *calcined petroleum coke*. Berdasarkan Gambar 4.4 derajat desulfurisasi pada variabel 1 periodik adalah 43,50% dengan persentase sulfur 0,87%S. Untuk variabel 2 periodik derajat desulfurisasi adalah 48,70% dengan persentase sulfur 0,79%S. Dan untuk variabel 3 periodik derajat desulfurisasi adalah 55,84% dengan persentase sulfur 0,68%S. Dari ketiga data variabel diatas dapat diketahui bahwa derajat desulfurisasi paling rendah adalah variabel 1 periodik, yaitu dengan kadar sulfur 43,50%S dan derajat desulfurisasi 43,50% terhadap kandungan sulfur pada sampel awal. Adapun derajat desulfurisasi paling tinggi didapatkan pada variabel 3 periodik dengan kadar sulfur 0,68%S dan derajat desulfurisasi 55,84% terhadap kandungan sulfur pada sampel awal.

Setelah proses desulfurisasi pada *reactor rotary autoclave*, akan terjadi penurunan massa pada *calcined petroleum coke*. Penurunan massa yang terjadi di dalam *reactor rotary autoclave* dapat terjadi dikarenakan beberapa faktor diantaranya terbakarnya *calcined petroleum coke*, terbuang saat penyaringan, kesalahan yang dilakukan saat proses pemasangan sehingga memungkinkan terjadi kebocoran, pada saat proses penyaringan menggunakan kertas saring terdapat *calcined petroleum coke* yang tersisa dikertas saring sehingga banyak *calcined petroleum coke* yang tertinggal, maupun *human error*.

Penurunan persen massa *calcined petroleum coke* dapat ditentukan menggunakan *yield analysis*. *Yield* terfokus pada



BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

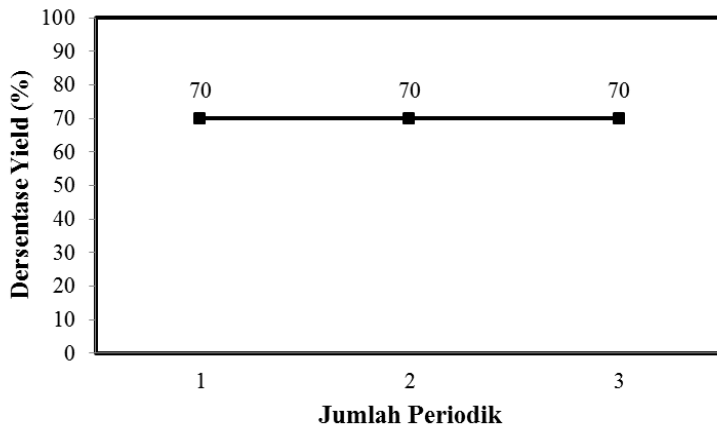
persentase berat akhir terhadap berat awal *calcined petroleum coke*. Persentase *yield* dituliskan berdasarkan rumus di bawah ini:

$$\%yield = \frac{\text{massa akhir} \times 100\%}{\text{massa awal}} \dots\dots\dots (4.2)$$

Dengan menggunakan rumus diatas, persentase *yield* dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Analisa persentase *yield*.

Variabel waktu periodik	Massa Awal (gram)	Massa Akhir (gram)	Yield (%)
1 periodik	30	21	70
2 periodik	30	21	70
3 periodik	30	21	70



Gambar 4.6 Grafik hubungan antara jumlah periodik pemanasan dengan persentase *yield* pada *calcined petroleum coke*.

Berdasarkan Tabel 4.5, dengan variabel 1 periodik didapatkan hasil *yield* sebesar 70%, untuk variabel 2 periodik didapatkan hasil *yield* sebesar 70%, dan untuk variabel 3 periodik didapatkan hasil *yield* sebesar 70%. Data persentase *yield*



dipengaruhi oleh beberapa faktor yang menyebabkan persentase *yield*nya sama, diantaranya *calcined petroleum coke* yang ikut terbakar, kebocoran pada *reactor*, tersisa selama proses penyaringan, dan lain-lain. Apabila kesalahan tersebut dapat dihindari, dan dengan mengacu dari faktor-faktor *error* diatas maka besar kemungkinan variabel 3 periodik adalah variabel yang memiliki *yield* yang paling rendah, sedangkan variabel 1 periodik adalah variabel yang memiliki *yield* yang paling tinggi. Adapun persentase *yield* dan nilai rata-rata nantinya dapat digunakan sebagai acuan pada keefektifitasan *reactor rotary autoclave*. Berdasarkan ketiga variabel data persentase *yield*, didapatkan bahwa persentase *yield* rata-rata adalah sebesar 70%.

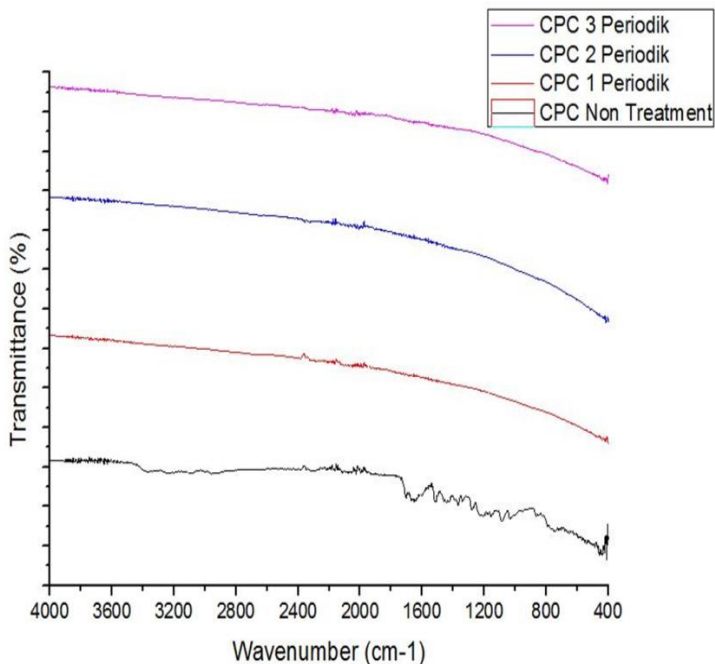
4.2.2 Hasil Pengujian (FTIR)

Pengujian FTIR dilakukan untuk mengetahui struktur kimia dan gugus fungsi pada *calcined petroleum coke*. Hal ini dilakukan untuk mengetahui apakah gugus maupun ikatan kimia yang terdapat pada hasil pengujian telah sesuai atau tidak, sehingga perlu dilakukan identifikasi dan analisis pada puncak daerah serapan yang mengindikasikan adanya struktur kimia yang sama selama proses desulfurisasi *calcined petroleum coke* yang diperoleh melalui proses pemanasan pada temperatur 900°C dengan variabel waktu periodik yang telah berhasil menurunkan persentase sulfur pada *calcined petroleum coke*. Identifikasi dilakukan berdasarkan puncak daerah serapan yang ditunjukkan pada grafik, kemudian dicocokkan berdasarkan IR *Spectroscopy table*. Gugus-gugus yang dimiliki oleh *calcined petroleum coke* antara lain gugus aromatik dan tiofena. Adapun pencocokkan dengan IR *Spectroscopy table* dilakukan terhadap hasil puncak daerah serapan pada hasil FTIR variabel waktu periodik. Hasil pengujian FTIR pada *calcined petroleum coke* yang diberikan perlakuan variabel waktu periodik dapat dilihat pada Gambar 4.5. Gambar 4.5 menunjukkan adanya puncak (*peak*) di daerah serapan *calcined petroleum coke* tanpa perlakuan, dan *calcined petroleum coke* dengan perlakuan variabel 1, 2, dan 3 periodik.



BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan puncak serapan pada hasil FTIR untuk *calcined petroleum coke* didapatkan nilai puncak (*peak*) yang tidak terlalu berbeda jauh. Dari data tersebut dapat diketahui hal yang mengindikasikan bahwa struktur kimia pada ketiga sampel perlakuan variabel waktu periodik tidak berbeda jauh. Sehingga dari puncak serapan tersebut terlihat bahwa ikatan kimia pada ketiga variabel tersebut sama.



Gambar 4.7 Hasil pengujian FTIR *calcined petroleum coke* pada variabel 1,2, dan 3 periodik.

Hal tersebut terjadi dikarenakan puncak – puncak yang dimiliki oleh *calcined petroleum coke* berada pada daerah serapan yang masih termasuk dalam range ikatan kimia yang sama.



Tabel 4.6 Analisis daerah serapan dan ikatan kimia untuk masing-masing variabel waktu periodik *calcined petroleum coke*.

Periodik	Daerah Serapan (cm^{-1})	Frequency	Ikatan Kimia	Gugus Fungsi	Transmittance (%)
1	2160,61 2050,39 1983,42	(3200-1700)	R-OH	Hidroksil	65,40 64,65 64,54
2	2178,94 2162,37 2007,37	(3200-1700)	R-OH	Hidroksil	72,99 72,74 71,83
3	2171,35 2050,49	(3200-1700)	R-OH	Hidroksil	63,58 62,85

Berdasarkan Tabel 4.6, dapat diketahui hasil pengujian FTIR yaitu berupa daerah serapan untuk masing-masing variabel pemanasan periodik. Pada variabel waktu periodik yang pertama, yaitu *calcined petroleum coke* dengan pemanasan 1 periodik didapatkan hasil berupa daerah serapan yaitu $2160,61 \text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas 65,40%, $2050,39 \text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas 64,65%, dan $1983,42 \text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas 64,54%. Hal tersebut mengindikasikan adanya ikatan kimia R-OH dengan gugus fungsi hidroksil dengan *range* frekuensi pada gugus fungsi hidroksil adalah $3200\text{-}1700 \text{ cm}^{-1}$. Untuk variabel waktu periodik yang kedua, yaitu *calcined petroleum coke* dengan pemanasan 2 periodik didapatkan hasil berupa daerah serapan yaitu $2178,94 \text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas 72,99%, $2162,37 \text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas 72,74%, dan $2007,37 \text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas 71,83%. Hal tersebut mengindikasikan adanya ikatan kimia R-OH dengan gugus fungsi hidroksil dengan *range* frekuensi pada gugus fungsi hidroksil adalah $3200\text{-}1700 \text{ cm}^{-1}$. Dan variabel waktu periodik yang ketiga, yaitu *calcined petroleum coke* dengan pemanasan 3 periodik didapatkan hasil berupa daerah serapan yaitu $2171,35 \text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas 63,59%, dan $2050,49 \text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas 62,85%. Hal tersebut mengindikasikan adanya ikatan kimia R-OH



BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

dengan gugus fungsi hidroksil dengan *range* frekuensi pada gugus fungsi hidroksil adalah 3200-1700 cm^{-1} .

Berdasarkan data hasil pengujian FTIR, telah terlihat pada ketiga perlakuan variabel waktu periodik pada *calcined petroleum coke* sudah tidak ditemukan adanya sulfur organik pada *calcined petroleum coke* termasuk gugus ikatan kimia tiofena (C-S). Proses desulfurisasi termal dengan variasi waktu periodik dengan temperatur pemanasan 900°C sudah cukup untuk memutus atau menghilangkan sulfur organik. Hal ini bisa ditunjukkan berdasarkan analisis daerah serapan dan ikatan kimia untuk variabel waktu periodik pada *calcined petroleum coke* sudah tidak di temukanya puncak daerah serapan yang merupakan indikasi adanya sulfur organik pada ketiga sampel tersebut.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian desulfurisasi *calcined petroleum coke* serta hasil pengujian yang dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Semakin tinggi waktu periodik pemanasan pada proses desulfurisasi *calcined petroleum coke*, maka kemampuan desulfurisasi semakin meningkat. Berdasarkan penelitian, persentase sulfur dan derajat desulfurisasi terbaik yang didapatkan yaitu pada waktu periodik pemanasan 3 kali, dengan kadar sulfur 0,68 %S dengan 89,45%C dan derajat desulfurisasi sebesar 55,84 %.
2. Untuk variasi waktu pemanasan 1 periodik, 2 periodik, dan 3 periodik pada proses desulfurisasi *calcined petroleum coke* sudah cukup untuk memutus ikatan kimia sulfur organik.

5.2 Saran

Adapun saran yang dapat diberikan :

1. Perlu dilakukan analisa terhadap Na yang terdapat pada pengujian EDX dan FTIR untuk masing-masing *calcined petroleum coke treatment*, untuk memastikan ikatan senyawa dengan Na yang terbentuk apakah Na dari NaOH atau Na dari Na₂S.
2. Perlu dilakukan perhitungan *yield* untuk tiap sub-periodik di masing-masing variasi pemanasan periodik.



BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Haj-Ibrahim, H., Morsi, Badie I. (1992). **“Desulfurization of Petroleum Coke : A Review”**.
- Al-Haj-Ibrahim H., and Mohammad Monla Ali. (2004). **“Thermal Desulphurization of Syrian Petroleum Coke.”**
- American Petroleum Institute: Washington. (2008). **“Petroleum Coke Category Analysis and Hazard Characterization”**. American Petroleum Institute: Washington, D.C., USA
- Andrews, A. ; Richard K. Lattanzio (2013). **“Petroleum Coke: Industry and Environmental Issues”**. Petroleum Coke: Industry and Environmental. Issues.
- Direktorat Jendral Minyak dan Gas Bumi. (2015). **“Rencana Strategis 2015 – 2019”**.
- Edwards, L. C., Keith J. Neyrey, Lorentz Petter Lossius. (2007). **“A Review of Coke and Anode Desulfurization : A Review of Coke and Anode Desulfurization”**.
- George, Zacheria M. (1982). **“Sodium hydroxide-assisted desulphurization of petroleum fluid coke”**. Canada : Alberta Reseach Council.
- Han, W., Lee Si-Hyun, Chu-Sik Park, Hyun-Soo Yang. (1996).” **A Study on the Desulfurization of Petroleum Cokes by Molten NaOH Leaching”**. Korea : Institute of Energy Research.
- Mardhyanto. (2016). **“Studi Variasi Temperatur Pemanasan pada Proses Desulfurisasi Kokas Petroleum yang Terkalsinasi dengan Reaktor Rotary Autoclave”**. Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Oilchange Interantional (2013). **“Petroleum Coke : The Coal Hiding In The Tar Sands”**. Washington DC : USA
- Radenovic, A. (2009). **“Sulphur Separation by Heat Treatment of Petroleum Coke. Sulphur Separation by Heat Treatment of Petroleum Coke”**.

-
- Santos, A. R., Rogerio Jose da Silva, Maria Luiza Reno. (2004). **“Analysis of Petroleum Coke Consumption in Some Industrial Sectors”**.
- Saselah, W. A. (2015). **“Studi Proses Desulfurisasi Petroleum Coke Menggunakan Senyawa Alkali NaOH dengan Variasi Waktu *Holding* pada Reaktor Mini”**. Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Yuliana, R. (2016). **“Studi Variasi Molaritas NaOH pada Proses Desulfurisasi Kokas Petroleum yang Terkalsinasi Menggunakan Reaktor Rotary Autoclave”**. Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Neraca Massa

Jumlah Periodik	%C	%S
Non Treatment	98,46%	1,54%
1	95,97%	0,87%
2	95,42%	0,79%
3	89,45%	0,68%

Data Umum

Unsur	Ar
S	32
C	12
H	1
O	16
Na	23

Kadar sulfur bahan dasar : 1,54% S
 Massa *calcined petroleum coke* : 30 gram
 Mr C₄H₄S : 84
 Mr NaOH : 40

- Pembuatan Larutan NaOH

Molaritas = Mol NaOH : Volume Dminwater
 = Massa NaOH / Mr_{NaOH} : Volume Dminwater

3,5 M = Massa NaOH / 40 : 100 ml

Massa NaOH = 14,28 gram

- Mol C₄H₄S

massa S = % S x massa *calcined petroleum coke*
 = % S / 100% x massa *calcined petroleum coke*
 = 1,54% / 100% x 30 gram

massa S = 0,46 gam

massa C₄H₄S

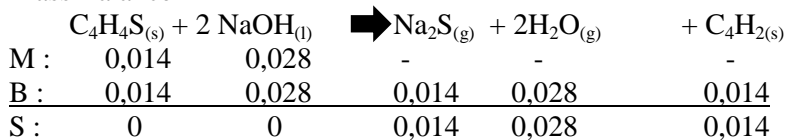
massa S = ArS / Mr C₄H₄S x massa C₄H₄S

0,46 gram = 32 / 84 x massa C₄H₄S

massa C₄H₄S = 1,21 gram

$$\begin{aligned}
 \text{mol } \text{C}_4\text{H}_4\text{S} &= \text{massa } \text{C}_4\text{H}_4\text{S} && : \text{Mr } \text{C}_4\text{H}_4\text{S} \\
 &= 1,21 \text{ gram} && : 84 \\
 \text{mol } \text{C}_4\text{H}_4\text{S} &= \mathbf{0,014 \text{ mol}}
 \end{aligned}$$

• Mass Balance

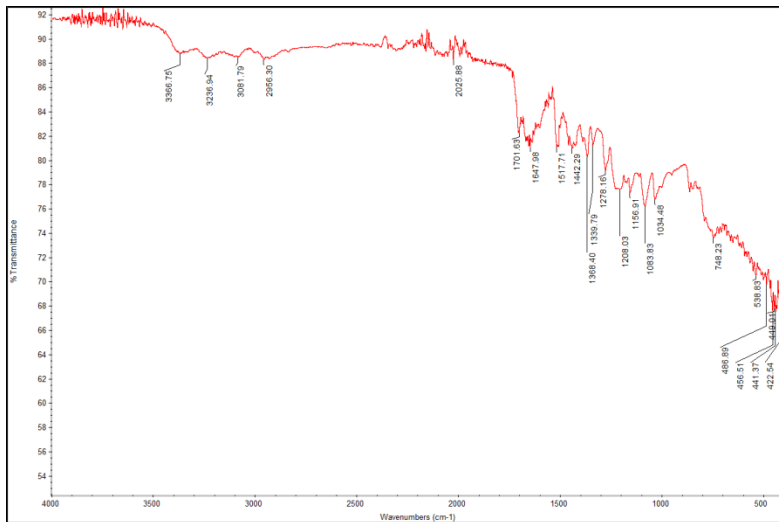


$$\begin{aligned}
 \text{Massa NaOH yang dibutuhkan} &= \text{Mol NaOH} \times \text{Mr}_{\text{NaOH}} \\
 &= 0,028 \times 40
 \end{aligned}$$

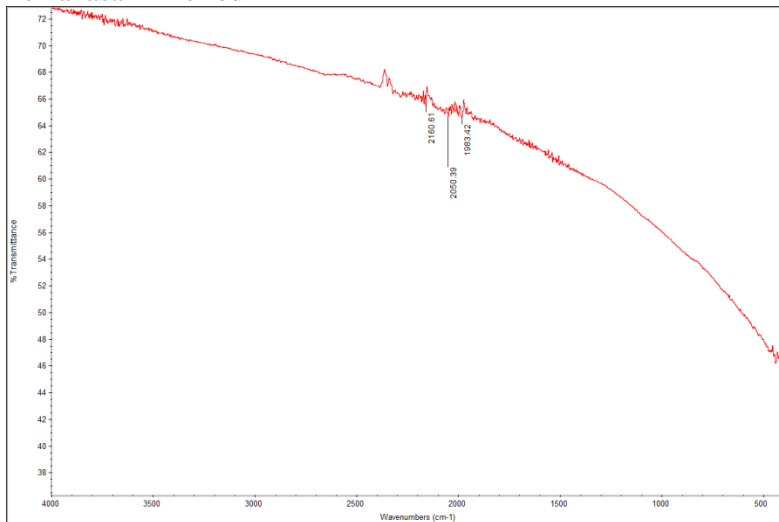
$$\text{Massa NaOH yang dibutuhkan} = 1,12 \text{ gram}$$

Lampiran 2. Hasil Pengujian FTIR

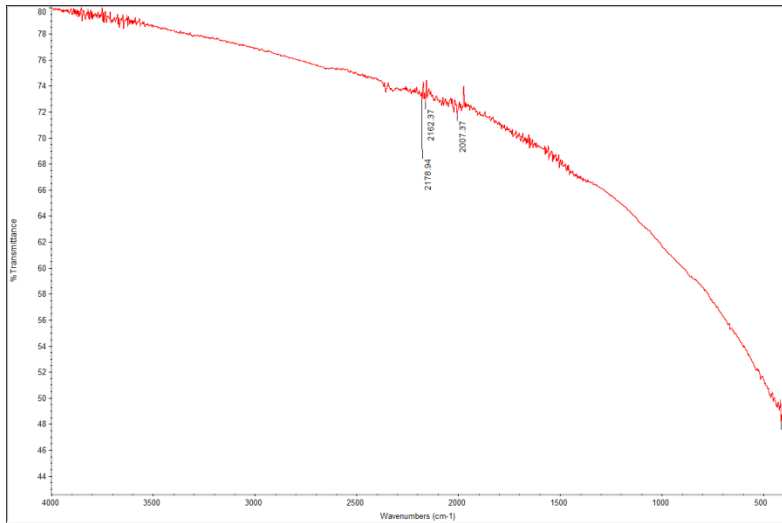
1. Non Treatment



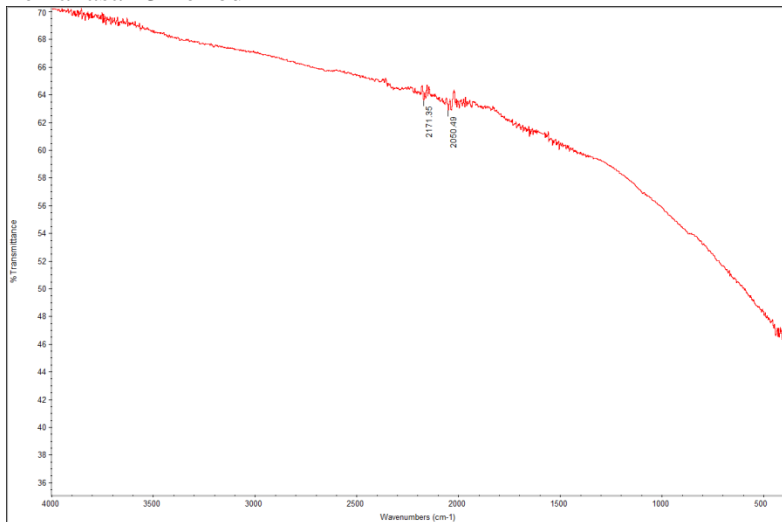
2. Pemanasan 1 Periodik



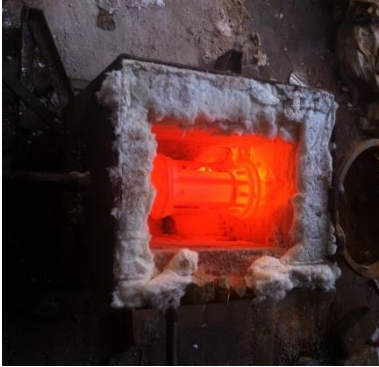
3. Pemanasan 2 Periodik



4. Pemanasan 3 Periodik



Lampiran 3. Dokumentasi Kegiatan



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Esa, karena berkat anugerahNya, sehingga penulis diberi kesempatan untuk menyelesaikan Tugas Akhir. Tugas Akhir ditujukan untuk memenuhi mata kuliah wajib yang harus diambil oleh mahasiswa Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), penulis telah menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul **“STUDI VARIASI WAKTU PERIODIK PADA DERAJAT DESULFURISASI *CALCINED PETROLEUM COKE* MENGGUNAKAN REAKTOR *ROTARY AUTOCLAVE*”**.

Penulis ingin berterima kasih juga kepada :

1. Tuhan Yesus Kristus yang selalu memberikan berkat dan kelancaran untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Kedua Orang Tua saya (Manongtong M.P. Butarbutar & Demah Pardede), yang telah mendukung secara moril maupun materil serta doa yang selalu dipanjatkan demi kesehatan, keselamatan dan kelancaran anaknya dalam menempuh studi sejak menjadi mahasiswa baru hingga sekarang.
3. Saudara penulis (Bang Doli, Kak Lina, dan Nathan, serta Bang Indra & Kak Tika) yang telah memberikan doa, perhatian, dukungan, dan semangat dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.
4. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T, M.Eng., selaku Ketua Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS sekaligus dosen penguji Tugas Akhir saya.
5. Bapak Sungging Pintowantoro, Ph.D selaku dosen pembimbing I Tugas Akhir yang telah memberikan bekal, pengalaman dan kesempatan yang sangat bermanfaat selama proses pembelajaran dan pengerjaan Tugas Akhir.
6. Bapak Fakhreza Abdul, S.T., M.T selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan banyak ilmu.

-
7. Ibu Amaliya Rasyida, ST., M.Sc. Selaku dosen wali yang sangat mengayomi dan membantu saya dari awal hingga akhir perkuliahan.
 8. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS.
 9. Keluarga UKM Bola Basket ITS terkhusus para pengurus Evolution Family 2015/2016 maupun junior dan senior saya di UKM (Alfian, Erlan, Ronald, Pijar, Rachmi, Bisma, Wira, Afiq, Hafizh, Afiola, Mas Maddis, Ko El, Adik Ikram, Bang Jo, Bang Anggara, Bang Dimas, Mba Lala, Mba Adhis, Mba Ani) yang selalu menghibur dan memberi banyak cerita di ITS.
 10. Sahabat-sahabat kosan saya di Blok P + Kontrakan Ashoy baik anggota pasif dan aktif (Alfian, Erlan, Eqi, Cangcut, Koko Ronald, Akbar, Bramantio), dan kosan Update 3 (Simon, Jeka, Rinush, Rommel, dan Jede) yang selalu memberikan canda dan tawa baik suka maupun duka.
 11. Teman-teman Lab. Pengolahan Material yang telah membantu tugas akhir saya selama 1 semester khususnya kepada Orlando Banjarnahor (Partner TA), Fiqri, Bima, Farid, Kemplo, Wasik, Donny, Ahlidin, Ridwan, Rahmania, Rizki, dan Hamzah.
 12. Keluarga MT15 yang banyak memberikan saya pengalaman berharga selama di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi.
 13. Seluruh anggota himpunan baik junior maupun senior yang telah memberikan warna dalam perkuliahan di Departemen Material
 14. Dan seluruh pihak yang telah memberikan partisipasi dalam Tugas Akhir ini yang tidak bias saya sebutkan satu per satu.
 15. Terkhusus juga saya ucapkan terimakasih kepada dr.Grace Fidia Hasugian, wanita yang sangat hebat, yang selalu mendukung, memberikan saya makan, dan senyuman lewat LPJ vidcall setiap malam, sekaligus *supporting system* yang selalu mendukung saya baik secara doa, maupun semangat yang tak henti-hentinya.
-

Penulis menyadari bahwa dalam pembuatan laporan ini masih terdapat kekurangan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik yang membangun dari pembaca demi perbaikan dan kemajuan bersama. Penulis berharap hasil laporan ini dapat bermanfaat dan dimanfaatkan dengan baik.

Surabaya, Juli 2017

Penulis,
Anggiat Ramos Juniarto

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Jakarta 9 Juni 1995, merupakan keempat dari 4 bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Ratna Kusuma, SDN Ciracas 11 Pagi, SMPN 9 Jakarta dan SMAN 48 Jakarta. Saat ini penulis melanjutkan studinya melalui jalur SNMPTN di Departemen Teknik Material, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya pada tahun 2013 terdaftar dengan NRP 2713100067. Di Departemen Teknik Material penulis melakukan penelitian Tugas Akhir bidang studi Metalurgi

Ekstraksi, pada Laboratorium Pengolahan Material dengan topik desulfurisasi. Selama berkuliah, penulis aktif mengikuti organisasi di Unit Kegiatan Mahasiswa sebagai Ketua UKM Bola Basket ITS Periode 2015/2016, dan di Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi sebagai staff Badan Semi Otonom. Nomor telepon penulis yang dapat dihubungi 081382083385 dengan alamat email giatbutarbutar@gmail.com.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)